Postverlagsort Berlin

FRESENIUS'
ZEITSCHRIFT
FÜR ANALYTISCHE CHEMIE

BEGRÜNDET VON REMIGIUS FRESENIUS

HERAUSGEGEBEN VON

W. FRESENIUS UND A. KURTENACKER

162. BAND, 6. (SCHLUSS-) HEFT

MIT 6 ABBILDUNGEN IM TEXT

(ABGESCHLOSSEN AM 29. JULI 1958)

SPRINGER-VERLAG BERLIN · GÖTTINGEN · HEIDELBERG

J. F. BERGMANN · MÜNCHEN

1958

Z. anal. Chem.

Fresenius' Zeitschrift für analytische Chemie

Begründet 1862 und herausgegeben bis Band 20 (1881) von *C. Remigius Fresenius*, bis Band 36 (1897) von *C. Remigius* und *Heinrich Fresenius*, Band 37—58 herausgegeben von *Heinrich* und *Wilhelm Fresenius* und *Ernst Hinz*, Band 59 (1920) bis Band 105 von *Wilhelm Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 105 (1936) von *Remigius* und *Ludwig Fresenius*, Band 106—127 (1944) von *Remigius Fresenius*, Band 128 (1948) herausgegeben von *A. Kurtenacker* und ab Band 129 (1949) von *W. Fresenius* und *A. Kurtenacker*. Bis Band 59 (1919) Wiesbaden, C. W. Kreidel, Band 59—62 (1922) Wiesbaden, C. W. Kreidel, und München J. F. Bergmann, Band 53—127 (1944) München, J. F. Bergmann, ab Band 128 (1948) München, Bergmann und Berlin, Springer.

Die **„Zeitschrift für analytische Chemie"** erscheint nach Maßgabe des eingehenden Materials in Heften, die zu Bänden vereinigt werden. Der Preis des Bandes beträgt DM 54,—. Sie bringt als „Originalabhandlungen" selbständige Untersuchungen aus allen Gebieten der analytischen Chemie.

Es wird ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht, daß mit der Annahme des Manuskripts und seiner Veröffentlichung durch den Verlag das ausschließliche Verlagsrecht für alle Sprachen und Länder an den Verlag übergeht. Grundsätzlich dürfen nur Arbeiten eingereicht werden, die vorher weder im Inland noch im Ausland veröffentlicht worden sind, und die auch nachträglich nicht anderweitig zu veröffentlichen der Autor sich verpflichtet.

Es ist ferner ohne ausdrückliche Genehmigung des Verlages nicht gestattet, photographische Vervielfältigungen, Mikrofilme, Mikrophote u. ä. von den Zeitschriftenheften, von einzelnen Beiträgen oder von Teilen daraus herzustellen.

Der „Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie" enthält, zum Teil in Form von Sammelberichten, kritische Referate über die auf den einzelnen Gebieten an anderer Stelle veröffentlichten Arbeiten über analytische Chemie.

Originalarbeiten und alle sie betreffenden Zuschriften sind zu richten an die

Redaktion der Zeitschrift für analytische Chemie,
Wiesbaden, Kapellenstraße 11/15.

Für Originalabhandlungen wird ein Unkostenersatz von DM 32,— je Druckbogen, jedoch nicht mehr als $1^1/_2$ Druckbogen für einen Beitrag vergütet.

Die Mitarbeiter erhalten von ihrer Arbeit zusammen 40 Sonderdrucke.

Auf möglichst rasche Veröffentlichung der eingelaufenen Arbeiten wird besonderer Wert gelegt.

Springer-Verlag
Heidelberg, Neuenheimer Landstraße 28—30
Fernsprecher 27901
Berlin W 35, Reichpietschufer 20
Fernsprecher 130131

J. F. Bergmann
München 27, Trogerstraße 56
Fernsprecher 440535

Band 162 **Inhaltsverzeichnis** (Schluß-)Heft 6

Originalabhandlungen Seite

Vebersík, V., und K. Horová, Trennung des Radiums von Radium D, Radium E und Polonium durch Äthylendiamintetraacetat 401

Eckert, G., Analyse von Nickellegierungen für Oxydkathoden. 6. Mitteilung. Die Bestimmung des Siliciums 408

Fritze, E. R., und H. Zahn, Ein absolutcolorimetrisches Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung von O-DNP-Tyrosin und ε-N-DNP-Lysin. Mit 2 Textabbildungen . 414

Blasius, E., und W. Göttling, Ein Kationentrennungsgang auf papierchromatographischer Grundlage. Mit 1 Textabbildung 423

Szekeres, L., M. Rády und E. Kardos, Bemerkungen zur Bestimmung von Jodat- und Perjodationen nebeneinander 430

Die Wiedergabe von Gebrauchsnamen, Handelsnamen, Warenbezeichnungen usw. in dieser Zeitschrift berechtigt auch ohne besondere Kennzeichnung nicht zu der Annahme, daß solche Namen im Sinn der Warenzeichen- und Markenschutz-Gesetzgebung als frei zu betrachten wären und daher von jedermann benutzt werden dürften.

Radiologisches Forschungsinstitut, Prag

Trennung des Radiums von Radium D, Radium E und Polonium durch Äthylendiamintetraacetat

Von

VLASTIMIL VEBERSÍK und KVĚTA HOROVÁ

(Eingegangen am 18. Februar 1958)

In der vorliegenden Arbeit beschreiben wir eine Methode zur Trennung des Radiums von Radium D, Radium E und Polonium mit Hilfe von Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA), das nach den grundlegenden Arbeiten von G. SCHWARZENBACH [17] bereits vielfache Anwendung gefunden hat (vgl. auch PŘIBIL [14]). Die Methode gestattet die quantitative Trennung des langlebigen aktiven Niederschlages (RaD, RaE, Po) von löslichen und unlöslichen Radiumsalzen.

In Gefäßen eingeschlossene Radiumpräparate absorbieren das durch Radiumzerfall gebildete Radon, aus welchem durch weitergehenden Zerfall ein kurz- und ein langlebiger Niederschlag entstehen. Der langlebige aktive Niederschlag ist durch unwägbare Mengen von RaD, RaE und Po gekennzeichnet. Um wägbare Mengen irgendeines von diesen Elementen zu gewinnen, wären eine lange Zeit und große Mengen an Radium-226 ggf. an Radon erforderlich, denn aus 100 mg ^{226}Ra entstehen im Laufe eines Jahres 3,1 Millicurie oder 0,03968 mg Radium D. Die höchste erreichbare Menge an Radium D ist nach Einstellen des Gleichgewichtes im System Ra-RaD vorhanden, also praktisch nach 10 Halbwertzeiten des Radiums D oder nach 220 Jahren. Bei Anwendung von 100 mg Radium-226 beträgt die Gleichgewichtsmenge 1,26 mg RaD.

Zu den bisher angewendeten Methoden zur Trennung der einzelnen langlebigen Zerfallsprodukte gehört das von ERBACHER [4] beschriebene Verfahren, das auf der Kristallisation von $RaCl_2$ mit konz. Bromwasserstoffsäure beruht. Das Verfahren erfordert mehrfache Wiederholung des Prozesses, der abgetrennte langlebige Niederschlag enthält aber immer noch gewisse Mengen Radium, die auch durch weitere Wiederholungen unabtrennbar bleiben. Die Trennung des Radiums durch Fällung mit konz. Salzsäure ist ebenfalls unvollkommen. Die gewaschenen Kristalle enthalten das Radium und das Radium D, während das gesamte Radium E sowie das Polonium in die Salzsäurelösung gegangen sind [1]. Ähnlich verläuft die Reaktion bei der Konzentrationsfällung der wäßrigen Radiumsalzlösungen mit Schwefelsäure. Alles Radium fällt zusammen mit dem Radium D aus und Radium E mit Polonium bleiben in Lösung [1].

Bei Anwendung kleinerer Substanzmengen Radium kann man seine langlebigen Zerfallsprodukte als einzelne Elemente durch elektrochemische bzw. elektrolytische Abscheidungsverfahren abtrennen. Das Polonium wird an einem rotierenden Silberblech vollständig abgeschieden, an dessen Oberfläche sich infolge α-Strahleneinwirkung Silberperoxyd bildet[10]. Ganz ähnlich kann man RaE an der Oberfläche einer Nickelfolie[5,9] oder RaD an einer Platinfolie[16] abscheiden. Für die Durchführung dieser Methode stehen verschiedene technologische Ausstattungen zur Verfügung.

Zu den Trennungsverfahren gehören ferner die Umtauschreaktionen zwischen RaD und verschiedenen Metallen, z. B. die Fällungen mit Blei oder mit Quecksilbersulfid, die aber keine neuen Gesichtspunkte erkennen lassen[2,3,7,8]. Veröffentlichungen betreffen die Abtrennung des aktiven Niederschlages vom Radon z. B. durch Extraktion der zerbrochenen gläsernen Radonampullen mit konz. Salzsäure.

Das Ziel dieser Arbeit war, wie eingangs hervorgehoben wurde, eine direkte Trennung der Radiumsalze von Radium D, Radium E und Polonium. Dieses Ziel wird von keiner der bisherigen Methoden erreicht. Besonders bei Verarbeitung größerer Mengen Radium ergibt sich entweder Verlust an Radium oder Verlust an einem der Zerfallsprodukte.

Unserer neuen Methode liegt die Arbeit von Přibil u. Maříčová[15] zugrunde. In dieser Arbeit empfehlen die Autoren, Barium von Blei mit ÄDTA in schwach saurer Lösung zu trennen. Das Blei wird in schwach sauren Lösungen so fest komplex gebunden, daß es durch Sulfationen nicht ausgefällt wird.

Experimenteller Teil

Die in Betracht kommenden Reagentien „pro analysi" wurden vorher auf aktive Verunreinigungen geprüft. Es ergaben sich aber keine Aktivitäten, die die Ergebnisse hätten beeinflussen können.

Die Radiumbromidlösung wurde durch Auflösung von kristallisiertem Radiumbromid in redestilliertem sulfatfreiem Wasser hergestellt. Der Radiuminhalt wurde durch Messung der γ-Strahlen bestimmt.

5%ige und 1%ige ÄDTA-Lösungen (Dinatriumsalz) sowie 10%ige und 1%ige Ammoniumsulfatlösungen wurden in üblicher Weise hergestellt. Die Pufferlösung war eine Mischung von 130 ml konzentrierter Essigsäure mit 200 ml Ammoniak und 200 ml redestilliertem Wasser. Als Indicator diente eine 2%ige wäßrige Lösung von Methylrot. Sämtliche Glasgeräte wurden mit einer Bariumchloridlösung behandelt.

Zur experimentellen Bestätigung der Trennung des Radiums von Radium D und E sowie Polonium wurde folgendes Verfahren gewählt: Das Radiumbromidsalz mit einem Gehalt von 263 mg Ra wurde in 100 ml redestilliertem Wasser gelöst. Man machte die Lösung durch Zugabe von 3 Tropfen 20%iger Salzsäure schwach sauer, brachte mit 10 ml der Essigsäurepufferlösung auf p_H 4,5—5 und überführte durch Kochen mit 10 ml 1%iger ÄDTA-Lösung das Radium D, E und Polo-

nium in die ÄDTA-Komplexe. Durch Zugabe von 3 ml 10%iger Ammoniumsulfatlösung wurde das Radium-226 als feinkörniges Radiumsulfat gefällt. Um eine quantitative Abscheidung zu erzielen, beließ man den Niederschlag längere Zeit (etwa 6 Std) unter der Flüssigkeit. Nach dem Filtrieren (Blaubandfilter) und Waschen mit 1%iger Ammoniumsulfatlösung war das Radiumsulfat von RaD, RaE und Po getrennt.

Wenn die Aufgabe vorliegt, den langlebigen aktiven Niederschlag von praktisch unlöslichem Radiumsulfat (Löslichkeit $RaSO_4$: $2{,}1 \cdot 10^{-4}$ g je 100 ml H_2O bei 20° C)[13] zu trennen, kann man das Radiumsulfat unter Kochen in 3—5%iger ammoniakalischer ÄDTA-Lösung auflösen. Zu dieser Lösung gibt man 3 Tropfen Methylrotlösung und säuert mit Essigsäure an. Das Radiumsulfat wird so als Suspension wieder ausgefällt; diese ist zunächst feinkörnig, wird aber durch Aufkochen grobkörnig. Längeres Stehenlassen vor dem Filtrieren ist auch hier zu empfehlen. Nach dem Filtrieren (Blaubandfilter) und Waschen mit 1%iger Ammoniumsulfatlösung ist das Radium von RaD, RaE und Po getrennt.

Bestimmung des Radiums im abgetrennten RaD, RaE und Po durch Gammastrahlmessungen

Die Komplexlösung mit dem abgetrennten RaD, RaE und Po wurde nach dem Abfiltrieren vom $RaSO_4$ auf die Anwesenheit von Radiumresten geprüft.

100 ml der Lösung mit RaD, RaE und Po wurden in einem Probegefäß dicht verschlossen und nach 30 Tagen, d. i. 99,548% Rn, vermessen. Die Geometrie der Probe- und Standard-Gefäße, d. h. Form, Volumen, Wandstärke und Material war dieselbe. Als Standardpräparat wurde eine Radiumlösung mit $1{,}643 \cdot 10^{-5}$ g Ra/100 ml H_2O benutzt. Die Bestimmung wurde wie üblich nach Filterung durch 5 mm Pb mit einem Wulfschen Zweifaden-Elektrometer durchgeführt.

Tabelle 1

Bestimmung des Radiums im abgetrennten RaD, RaE und Po durch γ-Strahlmessungen. Meßinstrument: Wulfsches Zweifaden-γ-Elektrometer. Meßbereich zwischen 50—60 Teilstrichen des linken Fadens. Filterung der β-Strahlen durch 5 mm Pb. Standard: Wasser-Etalon von 100 ml $RaCl_2$-Lösung. Radiummenge $1{,}643 \cdot 10^{-5}$g im Gleichgewicht.

Experiment	Gegeben zur Trennung		In abgetrennten RaDEF gefunden
	Ra-Salz	Ra in g	Ra g/100 ml
1	$RaBr_2$	0,500	$4{,}17 \cdot 10^{-5}$
2	$RaBr_2$	0,010	$4{,}63 \cdot 10^{-5}$
3	$RaSO_4$	0,010	$4{,}60 \cdot 10^{-5}$
4	$RaCl_2$	0,001	$4{,}40 \cdot 10^{-5}$
5	$RaSO_4$	0,022	$3{,}81 \cdot 10^{-5}$
6	$RaCl_2$	0,022	$4{,}31 \cdot 10^{-5}$

Die in Tab. 1 zusammengestellten Ergebnisse der Trennung zeigen, daß in der Lösung eine Radiummenge in der Größenordnung von

10^{-5} g Ra-El./100 g H_2O bestimmt wurde. Diese Radiummenge ist in voller Übereinstimmung mit der von Nikitin u. Erbacher[12] gefundenen Löslichkeit des Radiumsulfates in schwach saurem Milieu.

Bemerkung: Die früher benutzte Emanationsmethode hat sich als nicht genügend erwiesen. Beim Durchströmen der Komplexlösung in der Kälte werden große Mengen von Radon absorbiert. Beim Durchströmen in der Hitze kommt es zur teilweisen Poloniumsublimation und dadurch zu erhöhter Aktivität der Ionisationskammer. Beide Fälle beeinflussen die Ergebnisse beträchtlich. Die γ-Strahlmessung hat diese Schwierigkeiten eliminiert.

Direkte Bestimmung des Radiums durch Gammastrahlmessungen

Als weiteren Beweis der quantitativen Trennung haben die Autoren ein paar Fälle von Radiumstrahlerherstellung benutzt. Das Radium wurde von Radium D, E und Polonium auf erwähnte Art mit Komplexon getrennt, ausgefälltes Radiumsulfat wurde mit dem Filterpapier verbrannt und in eine Platinhülle von bekannter Wandstärke mechanisch gefüllt und dicht verschlossen. Nach 6 Wochen, also nach Einstellung des Gleichgewichtes wurde seine γ-Strahlenintensität gemessen und mit der Korrektur für die Wand- und Masseadsorption versehen. Diese Korrektur ist notwendig, da durch die Adsorption des Radiums an den Glaswänden, durch mechanische Verluste beim Füllen in die Platinhülle usw. Verluste eintreten. Die Ergebnisse sind in der Tab. 2 zusammengestellt.

Tabelle 2. *Direkte Bestimmung des Radiums durch γ-Strahlmessungen*
Meßinstrument und Filterung wie in Tab. 1. Standard: Festes $RaCl_2$ in Glashülle. Radiummenge in der zweiten Spalte.

Experiment	Standard Ra g	Gegeben Ra g	Gewonnen Ra g	Verlust Ra	
				in g	in Prozent
1.	0,1907	0,2639	0,2630	—0,0009	—0,34
2.	0,1907	0,2630	0,2640	+0,0010	+0,38
3.	0,1907	0,2633	0,2630	—0,0003	—0,11
4.	0,1907	0,2630	0,2630	0,0000	0,00
5.	0,1907	0,2630	0,2620	—0,0010	—0,38
6.	0,1907	0,2630	0,2620	—0,0010	—0,38
7.	0,00163	0,0012	0,00121	+0,00001	+0,08
8.	0,0102	0,0070	0,0069	—0,0001	—0,14
9.	0,0311	0,0300	0,0301	+0,0001	+0,33
10.	0,00699	0,0050	0,0050	0,0000	0,00

Qualitativer Nachweis der abgetrennten Isotopen RaD, RaE und Po

Das Filtrat nach der $RaSO_4$-Fällung wurde auf die Anwesenheit des langlebigen aktiven Niederschlages analysiert. Aus dem hochverdünnten Filtrat (die Verdünnung war notwendig, um im Meßbereich des Instru-

mentes zu bleiben) wurden mit einer Mikropipette kleine Proben von 0,1 ml entnommen und auf einer mit Aquadag bedeckten Glimmerfolie mit einer Ultrarotlampe verdampft[6,13]. Der qualitative Nachweis wurde mit Hilfe der β- und α-Strahlung durchgeführt, weil die β-Strahlung von RaD (und RaE) und die α-Strahlung von Po sich leicht abfiltern lassen. Die hergestellten Präparate wurden mit einem Filter von 0,05 mm Aluminium versehen und in einem β-Elektrometer als β-Strahler vermessen. Auf diese Art wurde eine bestimmte β-Aktivität festgestellt. Dasselbe Präparat wurde dann ohne Filterung in einem α-Elektrometer gemessen und die neue Aktivität des Präparats wesentlich höher als die vorige gefunden. Der Unterschied zwischen der β-Aktivität und der gesamten Aktivität ($\beta + \alpha$) beweist die Anwesenheit von RaD, RaE und Po.

Quantitative Bestimmung der abgetrennten Elemente RaD und RaE durch Betastrahlmessungen

Diese Bestimmung wurde durch ein altes Radiumpräparat ermöglicht. Ein Radiumchloridsalz war nach dem Begleitschein Nr. 4635 im Dezember 1936 in ein Glasröhrchen Nr. 569 eingeschmolzen worden. Auf Luftdichtigkeit wurde durch eine Emanationsprobe geprüft. Nach dem erwähnten Begleitschein und Kontrollmessungen wurde die Radiummenge des Präparates als 6,45 mg Ra-El. entsprechend bestätigt. Die Trennung des Radiums von RaD, RaE und Po wurde im Dezember 1956 durchgeführt.

In diesem Falle haben wir mit einer 20jährigen Anreicherung von Radium D zu rechnen; mittels der Zerfallsgleichung läßt sich die anwesende Menge von RaD im Präparat bestimmen.

Zerfallsgleichung: $N_t = N_0 (1\text{-}e^{-\lambda t})$.

In unserem Falle sind folgende Werte einzusetzen: $N_0 = 6{,}45$ mc, $\lambda_{RaD} = 0{,}0315$/Jahr, $t = 20$.

Man erhält also: $N_{20} = 6{,}45$ cm $(1\text{—}e^{-0{,}0315 \cdot 20}) = 6{,}45$ mc $- 3{,}43$ mc $= 3{,}02$ mc.

Die theoretische Menge des Radiums D im Präparat mit 6,45 mg Ra-El. nach 20 Jahren beträgt demnach 3,02 mc RaD.

Sämtliches RaD, also das aus dem Radiumsalz und das von der Innenwand der Glashülle, wurde mit Komplexon behandelt und getrennt. Daß das theoretische Gleichgewicht des langlebigen aktiven Niederschlages erreicht war, wurde nach der Trennung durch mehrere Messungen der α- und β-Aktivität praktisch bestätigt, die nicht anstieg.

Aus der Lösung von Ra D,RaE und Po wurden mit einer Mikropipette Proben von 0,3 ml entnommen und auf einer Präparatenunterlage aus Platin oder aus Kunststoffhäutchen mit einer Ultrarotlampe vorsichtig

verdampft. Die Präparate auf den angegebenen Unterlagen haben dieselbe Geometrie wie ein β-Standard von Amersham (England), welcher auf 2,2 Millicurie von RaD geeicht wurde. Zur Messung wurde ein β-Elektrometer benutzt und die Aktivität der Probe gegen die vom β-Standard gemessen. Mit Rücksicht auf das Gleichgewicht des vorhandenen Ra(D + E)-Präparates wurde die mittlere β-Energie zu 0,340 MeV[11] gemessen. Die α-Strahlung von Po wurde durch 0,1 mm einer Aluminiumfolie wegabsorbiert. Tab. 3 zeigt, daß das Verfahren befriedigende Ergebnisse liefert.

Tabelle 3. *Bestimmung des abgetrennten RaD und RaE durch β-Strahlmessungen* Meßinstrument: Einfaden-β-Elektrometer. Meßbereich zwischen 60—70 Teilstrichen. Filterung der α-Strahlen durch 0,1 mm Al. Standard: 2,2 Millicurie RaD auf Platinunterlage.

Probe	Präparatenunterlage	* RaD in mc		Verlust RaD	
		theoretisch gegeben	praktisch gewonnen	in mc	in Prozent
1	Kunststoffhäutchen	3,020	2,913	—0,107	—3,53
2	Platinfolie 0,1 mm	3,020	2,928	—0,092	—3,04
3	Platinfolie 0,1 mm	3,020	2,902	—0,118	—3,90

* Die Aktivität der einzelnen Proben auf ganze Menge gerechnet.

Ergänzungsbestimmung der Trennung RaD durch Betastrahlmessungen

Weil die vorhergehende Bestimmung nur in einem einzigen Experiment durchgeführt werden konnte, ergänzten wir sie noch durch einen ähnlichen Versuch. Bei diesem wurde eine bekannte Menge von RaD zur inaktiven Bariumchloridlösung zugegeben und in Form der beschriebenen Komplexverbindung getrennt.

Tabelle 4. *Ergänzungsbestimmung des abgetrennten RaD und RaE durch β-Strahlmessungen.* Meßinstrument: Einfaden-β-Elektrometer mit Graduierung. Meßbereich zwischen 60—70 Teilstrichen. Filterung der α-Strahlen durch 0,1 mm Al.

Experiment	RaD in Mikrocurie		Verlust RaD	
	gegeben	gewonnen	in Mikrocurie	in Prozent
1.	13,33	13,08	—0,25	—1,8
2.	105,60	107,39	+1,79	+1,7
3.	3,04	2,98	—0,06	—1,9

Ein Teil der abgetrennten RaD-Lösung wurde auf einer Platinunterlage verdampft, seine β-Aktivität gemessen und dann mit heißem Wasser in ein Becherglas mit 1 mg $BaCl_2$ in Lösung quantitativ abgespült. Die Platinunterlage wurde nach dem Abspülen wieder gemessen und als

inaktiv befunden. Ein Bariumsalz wurde als Analogon des Radiums gewählt. Nach der Trennung des RaD von $BaCl_2$ wurden aus der Lösung des RaD wieder die Proben entnommen, auf gleiche Art als β-Strahler behandelt und gemessen. Aus Tab. 4 ist zu entnehmen, daß auch diese Trennung gute Werte liefert.

Zusammenfassung

Es wird ein Verfahren zur Trennung des Radiums 226 vom langlebigen aktiven Niederschlag, also von Radium D, Radium E und Polonium mit Äthylendiamintetraacetat (ÄDTA) beschrieben. Die optimalen Bedingungen für die Trennung mit ÄDTA liegen im p_H-Bereich 4,5—5. Die Verluste liegen in der Größenordnung von 10^{-5} g Ra-El./100 g H_2O und $\pm$ 3% für RaD, RaE und Po. In ammoniakalischer ÄDTA-Lösung kann man Radiumsulfat lösen. Zur Trennung des langlebigen aktiven Niederschlages muß man keine Trägermasse benutzen. Die Unterschiede in den Ergebnissen passen in den Rahmen der Meßfehler für die benutzten radiometrischen Bestimmungen.

Wir danken Herrn Dr. Tauer für die technische Hilfe zu Beginn dieser Arbeit.

Literatur

[1] Antonow, G. N.: Philos. Mag. **19**, 825 (1910). — [2] Burtt, B. P.: Nucleonics **5**, 2, 29 (1949) und folg. — [3] Erbacher, O.: Z. physik. Chem. **165**, 421 (1933). — [4] Erbacher, O., u. Hahn: Appl. Radiochemistry **102**, Ithaka, New York 1936. — [5] Erbacher, O., u. K. Philipp: Z. Physik **51**, 309 (1928). — [6] Friedlander u. Kennedy: Vvedenije v radiochimiju I.I.L. Moskau 1952. — [7] Kanne, W. R.: Physic. Rev. **52**, 380 (1937). — [8] Lee u. Libby: Physic. Rev. **55**, 252 (1939). — [9] v. Lerch, F.: Amer. J. Physics **20**, 345 (1906). — [10] Marckwald, W.: Ber. dtsch. chem. Ges. **38**, 593 (1905). — [11] Meitner, L., u. W. Orthmann: Z. Physik **60**, 143 (1930). — [12] Nikitin, B., u. O. Erbacher: Z. physik. Chem., Abt. A **158**, 231 (1932). — [13] Nikitin, B., u. P. Tolmatschew: Z. physik. Chem., Abt. A **167**, 260 (1933). — [14] Přibil, R.: Komplexony v chemické analyse. Prag 1953. — [15] Přibil, R., u. D. Maričová: Chem Listy **46**, 542 (1952); vgl. diese Z. **140**, 377 (1953). — [16] Russel u. Chadwick: Philos. Mag. **27**, 114 (1933). — [17] Schwarzenbach, G., E. Kampitsch und R. Steiner: Helv. chim. Acta **28**, 828 (1945); — Schwarzenbach, G.: Die komplexometrische Titration, 2. Aufl., Stuttgart: F. Enke Verl., 1956.

Dr. V. Vebersík, Křesomyslova 10, Prag 14 (ČSR)

Aus dem Wernerwerk für Bauelemente der Siemens & Halske AG, München

Analyse von Nickellegierungen für Oxydkathoden

6. Mitteilung. Die Bestimmung des Siliciums*

Von

G. ECKERT

(Eingegangen am 10. März 1958)

Vorbemerkungen und Grundlage des Verfahrens

Der Gehalt an gewissen Spurenelementen in den als Trägermetall für Oxydkathoden verwendeten Nickellegierungen ist für die Emission und die Lebensdauer der Kathode von sehr wesentlicher Bedeutung. Es ist daher eine genaue Kontrolle der Zusammensetzung des Kathodennickels notwendig. In vorausgegangenen Mitteilungen haben wir bereits über Methoden zur Bestimmung geringer Konzentrationen (einige hundertstel bis tausendstel Prozente) an Magnesium[9], Mangan[3], Aluminium[4], Kupfer[11] und Eisen[12] berichtet. Silicium gilt bei den heute an Verstärkerröhren gestellten Anforderungen als unerwünschter Bestandteil, da es im Laufe der Lebensdauer an der Grenzschicht Kernmetall/Oxyd zur Bildung schädlicher Zwischenschichten mit hohen Übergangswiderständen führt.

Für die quantitative Bestimmung kleiner Siliciumgehalte in Nickel sind bereits einige Verfahren bekannt, die auf der photometrischen Messung von Silicomolybdänblau beruhen. Während bei einigen dieser Verfahren der eigentlichen photometrischen Messung eine Vortrennung von Nickel und anderen Begleitelementen vorausgeht[8,10], zum Teil über den Weg der Extraktion der Silicomolybdänsäure mit Hilfe organischer Lösungsmittel[5,13], wird bei den Verfahren nach LUKE[7], GANN[6] sowie ANDREW[1] auf jegliche Vortrennungen verzichtet. LUKE mißt bei 765 mμ, GANN, der das Verfahren von LUKE für kleinere Einwaagen erweitert, hingegen im Absorptionsmaximum bei 800 mμ. Bei beiden Verfahren wird die Silicomolybdänsäure mit Zinn(II)-chlorid reduziert, während ANDREW (Messung bei 810 mμ) für die Reduktion ein Eisen(II)-Oxalsäure-reagens verwendet.

Bei der Übertragung der bereits bekannten Verfahren konnten wir jedoch keine befriedigende Reproduzierbarkeit erzielen. Dies veranlaßte uns zu einer eingehenden Untersuchung über die optimalen Bedingungen bei der Bildung der Silicomolybdänsäure und deren Reduktion zu Silicomolybdänblau, über die wir in einer vorausgegangenen Mitteilung[2] bereits ausführlich berichteten, und die uns eine Aufklärung der Ursachen

* 5. Mitteilung. K. RIEDEL: diese Z. **159**, 110 (1957/58).

für die ungenügende Reproduzierbarkeit erbrachte. Die bei diesen Versuchen gefundenen Ergebnisse stellen die Grundlage des im folgenden beschriebenen Verfahrens dar.

Bei der Analyse von Kathodennickel liegt ein Konzentrationsverhältnis Ni : Si von mitunter $> 10^4 : 1$ vor. Eine echte Beeinflussung der Silicium-Extinktion durch Nickel oder dessen Begleitelemente konnten wir jedoch selbst bei derartig extremem Verhältnis im Gegensatz zu Potter[10] nicht feststellen[2]. Die durch Nickel hervorgerufene Extinktionserhöhung entspricht stets der Eigenabsorption des Nickels bei der betreffenden Wellenlänge und kann daher durch Subtraktion der Extinktion einer gleichkonzentrierten reinen Nickellösung berücksichtigt werden, wie es auch in den Vorschriften von Luke[7], Gann[6] sowie Andrew[1] geschieht. Die in Kathodennickel üblichen metallischen Begleitelemente, wie etwa Kobalt, Eisen, Kupfer, Mangan, tragen, da sie nur in sehr geringen Konzentrationen vorliegen, keinen meßbaren Betrag zur Gesamtextinktion bei und brauchen daher nicht berücksichtigt zu werden.

Da bei Spezialröhren in steigendem Maße wolframlegiertes Nickel (etwa 2—4% Wolfram) zum Einsatz kommt, ist auch dessen Einfluß zu überprüfen, zumal Gann[6] bei seinem Verfahren angibt, daß bei Gegenwart von Wolfram keine reproduzierbaren Bestimmungen durchführbar sind.

Wir berichteten bereits[2] über Versuche, nach denen Wolfram, sofern es als Wolframat in Lösung gehalten werden kann, unter den angegebenen Arbeitsbedingungen die Bildung der Silicomolybdänsäure und deren Reduktion nicht beeinflußt. Beim oxydierenden Lösen von wolframlegiertem Nickel fällt jedoch das Wolfram teilweise als Wolframsäure aus, die daher vor der eigentlichen Siliciumbestimmung entweder in Lösung gebracht (z. B. durch vorübergehendes Alkalisieren) oder abgeschieden werden muß. Da sich das Alkalisieren wegen der dadurch sehr großen Salzkonzentration als ungünstig erwies, wurde versucht, die beim Lösen ausfallende Wolframsäure abzutrennen. Es wurden Siliciumlösungen (sowohl mit als auch ohne Nickel) mit 2 bzw. 4 mg Wolfram (als Alkaliwolframat) und Salpetersäure versetzt und aufgekocht bis zum Ausflocken der Wolframsäure (die Bedingungen waren also weitestgehend analog der Behandlung von Wolframnickel). Die ausgeschiedene Wolframsäure wurde abzentrifugiert; in der verbleibenden Lösung wurde das Silicium nach der im folgenden Abschnitt angegebenen Vorschrift bestimmt. Es ergab sich, daß man unter diesen Bedingungen auch für wolframlegierte Nickelchargen reproduzierbare Ergebnisse erhält.

Arbeitsvorschriften

Bei der Durchführung zahlreicher Nickelanalysen stellten wir fest, daß bei Einwaagen bis zu 20 mg/Bestimmung (die Einwaage richtet sich nach dem zu erwartenden Siliciumgehalt) und der zum Lösen benötigten

Säuremenge noch allein mit Hilfe eines Puffers hinreichend konstante p_H-Bedingungen erzielbar sind. Bei höheren Einwaagen ist es zweckmäßig, die überschüssige Salpetersäure zu neutralisieren, da ein Puffer von in allen Fällen ausreichender Pufferkapazität nicht gefunden wurde. Es hat sich daher als günstig erwiesen, die Arbeitsvorschrift dem zu erwartenden Siliciumgehalt anzupassen.

1. Silicium-Gehalte $\geqq$ 0,02 Gewichtsprozent Silicium

In einem Reagensglas löst man 50 mg Kathodennickel in 1 ml Salpetersäure (1:1), gibt 1 ml Amidosulfonsäurelösung (a) hinzu und füllt nach dem Überspülen in ein Meßkölbchen mit bidest. Wasser zu 50 ml auf. Von dieser Lösung pipettiert man 20 ml in ein weiteres 50 ml-Meßkölbchen, fügt 10 ml Pufferlösung (b) und 2 ml Ammoniummolybdatlösung (c) hinzu, mischt gut durch und läßt 15 min zur Ausbildung der Heteropolysäure stehen. Hierauf versetzt man mit 5 ml Schwefelsäure (e), schüttelt gut durch (sonst kann beim nachfolgenden Reduzieren lokal „Molybdänblau"* entstehen) und reduziert *unmittelbar danach* mit 1 ml Reduktionslösung (d). Nach dem Durchmischen wird mit bidest. Wasser zu 50 ml aufgefüllt und nach 10 min die Extinktion gemessen. Als Blindwert wird die Summe von jeweils ermittelter Extinktion einer Blindprobe, die sämtliche angegebenen Reagenszusätze enthält, sowie der einer Eichkurve entnommenen Extinktion einer reinen Nickellösung, die die gleiche Nickelmenge und 5 ml Schwefelsäure (e) enthält, abgezogen. Den Siliciumgehalt der Analysenprobe entnimmt man dann einer entsprechenden Eichkurve.

Gemessen wird mit einem Spektralphotometer** bei 730 mμ; bei einem Filtergerät arbeitet man mit der Hg-Linie 691 mμ; Küvetten: 20 mm Schichtdicke.

2. Silicium-Gehalte $\leqq$ 0,02 Gewichtsprozent Silicium

In einem Reagensglas löst man 50 mg Kathodennickel in 1 ml Salpetersäure (1:1) und fügt 1 ml Amidosulfonsäurelösung (a) und 3 Tropfen Indicatorlösung (f) hinzu. Danach versetzt man mit 2,5 ml dest. Ammoniak (g) und gibt nun tropfenweise Salzsäure (1:1) hinzu, bis ein Farbumschlag nach Graugrün erreicht ist. Man spült in ein 50 ml-Meßkölbchen, gibt 10 ml Pufferlösung (b) hinzu und verfährt weiter wie unter 1, wobei der Blindprobenansatz nunmehr auch die genannte Ammoniakmenge enthält.

3. Wolframlegiertes Nickel

In einem Quarz-Zentrifugenröhrchen löst man 50 mg der Analysenprobe, gibt 1 ml Amidosulfonsäurelösung (a) hinzu und zentrifugiert die ausgeschiedene Wolframsäure ab. Die überstehende Lösung wird in ein 50 ml-Meßkölbchen abdekantiert. Die in dem Röhrchen verbliebene Wolframsäure wird mit einigen Millilitern ganz schwach mit Salpetersäure angesäuertem Wasser ausgewaschen und erneut zentrifugiert. Die überstehende Waschflüssigkeit wird ebenfalls in den 50 ml-Meßkolben abgegossen. Je nach dem zu erwartenden Siliciumgehalt verfährt man nach 1 oder 2 weiter.

---

* Im Gegensatz zu „Silicomolybdänblau" soll unter „Molybdänblau" das Reduktionsprodukt von Molybdat selbst verstanden werden (siehe hierzu [2]).

** Wir verwendeten bei unseren Messungen das Spektralphotometer PMQII von Zeiss sowie zum Teil auch das Photometer Eppendorf.

Reagentien

a) Amidosulfonsäurelösung. 10 g Amidosulfonsäure (Th. Schuchard, reinst) werden in bidest. Wasser zu 100 ml gelöst; diese Lösung dient dazu, den schädlichen Einfluß des Nitratanions zu beseitigen.

Zusammensetzung und Herstellung der Reagentien *b, c, d, e* vgl.[2].

f) Indicatorlösung. 0,1% ige Lösung von Thymolblau in Äthanol.

g) Ammoniak. Die stets in Glasflaschen angelieferten Handelspräparate zeigten einen relativ hohen Siliciumeigengehalt (≈ 2—3 μg Si/ml). Bei den Analysen hat es sich daher als notwendig erwiesen, das für die Siliciumbestimmung zu verwendende Ammoniak zu destillieren: Aus einem Kolben mit konz. Ammoniak wird durch Erhitzen Ammoniakgas über einen V2A-Kühler (gebogenes V2A-Rohr, mit einem Kühlmantel aus Glas umgeben, der mittels zweier auf das V2A-Rohr geschobener Gummistopfen abgedichtet wird) bis zur Sättigung in eine mit bidest. Wasser gefüllte Polyäthylenflasche übergetrieben. Für die Neutralisation wird dieses gesättigte Ammoniak im Verhältnis 1:4 mit bidest. Wasser verdünnt.

Tabelle 1. *Testanalysen*

Lfd. Nr.	Ni	vorgegebenes Si	Messung bei 730 mμ		Messung bei 800 mμ	
			gefundenes Si	Fehler	gefundense Si	Fehler
	mg	in μg	μg	%	μg	%
1	15,0	10,0	9,7	—3	9,7	—3
2	15,0	10,0	10,0	±0	9,9	—1
3	15,0	10,0	10,4	+4	10,2	+2
4	15,0	10,0	10,5	+5	10,2	+2
5	15,0	15,0	15,4	+2,7	15,0	±0
6	15,0	5,0	5,0	±0	5,0	±0
7	10,06	10,0	9,9	—1	10,1	+1
8	10,06	20,0	19,7	—1,5	20,0	±0
9	20,0	10,0	10,1	+1	10,2	+2
10	10,0	4,85	4,60	—5	4,85	±0
11	10,0	9,70	9,6	—1	9,70	±0
12	10,0	14,6	14,5	—0,7	14,75	+1,4
13	10,0	19,4	19,0	—2	19,2	—1
14	20,0	4,85	4,7	—3	4,65	—4
15	20,0	9,7	9,8	+1	9,8	+1
16	20,0	14,6	14,3	—2	14,35	—1,4
17	20,0	19,4	19,35	—0,3	19,2	—1
18	50,0	9,7	9,8	+1	9,9	+2
19	50,0	14,6	14,7	+1	14,3	—3
20	50,0	19,4	19,3	—0,5	17,9	—7
21	50,0	4,85	4,8	—1	4,5	—7
22	50,0	9,7	9,6	—1	9,1	—6
23	50,0	14,6	14,6	±0	13,8	—5
24	50,0	19,4	19,5	+0,5	18,1	—7
25	50,0	4,85	5,0	+3	5,0	+3
26	50,0	9,7	9,6	—1	9,2	—5
27	50,0	14,6	14,2	—2,8	13,6	—6
28	50,0	19,4	19,0	—2	18,2	—6

Beleganalysen

In Tab. 1 sind Analysenergebnisse von Testsystemen zusammengestellt, die nach den angegebenen Vorschriften durchgeführt wurden. Es wurde hierbei eine Lösung von hochreinem Sinternickel benutzt, der bekannte Mengen an Silicium zugesetzt wurden. Der geringe Eigengehalt an Silicium des Sinternickels wurde gesondert ermittelt und entsprechend berücksichtigt. Aus den angegebenen prozentualen Fehlern wird deutlich, daß bei 730 mμ in jedem Falle sehr genau reproduzierbare Messungen möglich sind, während sich bei größeren Einwaagen bei Messung im Absorptionsmaximum (800 mμ) der hier um ein vielfaches stärkere p_H-Einfluß (siehe hierzu [2]) trotz Pufferung in einer bedeutend größeren Fehlerbreite (einseitig nach zu niedrigen Werten) deutlich bemerkbar macht. Bei ungenügender Pufferung vergrößert sich die Fehlerdistanz bei einem Vergleich der Messung bei 730 mμ und 800 mμ noch erheblich.

Tabelle 2. *Testanalysen zu Wolframnickel (Messung bei 730 mμ)*

mg Ni	Wolframzusatz		vorgegebenes Si	gefundenes Si	Fehler
	mg	%	μg	μg	%
50,0	2,0	4,0	9,7	10,15	+ 4,5
50,0	2,0	4,0	9,7	9,85	+ 1,5
50,0	2,0	4,0	9,7	9,30	— 4,0
50,0	2,0	4,0	9,7	10,2	+ 5,0
50,0	2,0	4,0	9,7	9,85	+ 1,5
50,0	2,0	4,0	9,7	9,25	— 4,5
50,0	2,0	4,0	4,85	4,85	± 0
50,0	2,0	4,0	9,7	9,2	— 5

Tabelle 3. *Untersuchung von Kathodennickel-Chargen*

Lfd. Nr.	Charge	gravimetrische Bestimmung, gefunden Si %	photometrische Bestimmung, 730 mμ	
			Einwaage in mg	gefunden Si %
1	I	0,036	20,0	0,034
2	II	0,049	20,0	0,055
3	III	0,058	20,0	0,057
4	IV	0,036	20,0	0,036
5	IV		50,0	0,037
6	V	0,081	20,0	0,084
7	VI	0,035	20,0	0,036
8	VII	0,006	50,0	0,005

Bei 730 mμ ergibt sich aus den Testanalysen für die Siliciumbestimmung in Nickel eine Standardabweichung σ von $\pm$ 2,5% relativ. Bei wolframlegierten Chargen sind die Schwankungen etwas größer, es wird hier ein

σ von $\pm 5\%$ relativ gefunden. Einige Testwerte für Nickel mit Wolframzusatz sind in Tab. 2 wiedergegeben. In Tab. 3 schließlich sind Analysen von Kathodennickel-Chargen zusammengestellt, bei denen zum Vergleich auch gravimetrische Bestimmungen mit hohen Einwaagen (5—7 g) durchgeführt worden sind. Nach den gewonnen Erfahrungen ist den photometrisch ermittelten Werten auf jeden Fall die höhere Genauigkeit zuzuordnen.

Es sei noch darauf hingewiesen, daß die Brauchbarkeit des Verfahrens nicht auf Nickellegierungen beschränkt ist; die Methode erscheint vielmehr auch für die Siliciumbestimmung in anderen Metallen und Legierungen geeignet, da die Siliciumextinktion durch zahlreiche Metalle[2] in keiner Weise beeinflußt wird.

Herrn cand. chem. R. Kramolowsky danke ich für die sorgfältige Durchführung zahlreicher Bestimmungen während seiner Tätigkeit als Werkstudent.

Literatur

[1] Andrew, T. R.: Analyst **82**, 423 (1957); vgl. diese Z. **161**, 306 (1958). — [2] Eckert, G.: diese Z. **161**, 421 (1958). — [3] Eckert, G.: diese Z. **148**, 14 (1955/56). — [4] Eckert, G.: diese Z. **153**, 261 (1956). — [5] Filippova, N. J., u. L. J. Kuznecova: Zavodskaja Laborat. **16**, 536 (1950); vgl. diese Z. **137**, 388 (1952/53). — [6] Gann, W.: diese Z. **150**, 254 (1956). — [7] Luke, C. L.: Analyt. Chemistry **25**, 148 (1953); vgl. diese Z. **144**, 218 (1955). — [8] Minster, J. T.: Analyst **71**, 428 (1946); vgl. diese Z. **128**, 352 (1948). — [9] Noddack, W., G. Eckert u. K. Riedel: diese Z. **147**, 417 (1955). — [10] Potter, G. V.: Analyt. Chemistry **22**, 927 (1950); vgl. diese Z. **134**, 65 (1951/52). — [11] Riedel, K.: diese Z. **159**, 25 (1957/58). — [12] Riedel, K.: diese Z. **159**, 110 (1957/58). — [13] Yokosuka, S.: Jap. Analyst **5**, 282 (1956); vgl. diese Z. **156**, 205 (1957).

Dr. Georg Eckert, Wernerwerk für Bauelemente der Siemens & Halske AG, München, St. Martin-Str. 76

Aus dem Chemischen Institut der Universität Heidelberg und dem Deutschen Wollforschungsinstitut an der Technischen Hochschule Aachen

Ein absolutcolorimetrisches Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung von O-DNP-Tyrosin und ε-N-DNP-Lysin

Von

E. R. Fritze* und H. Zahn

Mit 2 Textabbildungen

(Eingegangen am 15. März 1958)

1. Einleitung

Die Tatsache, daß die Dinitrophenylgruppe ein starker Chromophor ist, wurde bereits bei der Anwendung der Dinitrophenylierungstechnik durch F. Sanger[8] zur colorimetrischen Bestimmung der Aminoendgruppen verschiedener Proteine erfolgreich benutzt. Es handelte sich hierbei um die sogenannten N-DNP-Aminosäuren, die sowohl in Substanz als auch in schwach alkalischer bzw. saurer Lösung gelb gefärbt sind und daher bequem mit den üblichen Methoden der Vergleichscolorimetrie im sichtbaren Bereich des Lichts bestimmt werden können.

Wir suchten nach einer Methode zur Bestimmung der nicht umgesetzten ε-Aminogruppe des Lysins und der phenolischen OH-Gruppe des Tyrosins in chemisch modifizierten Faserproteinen wie Wolle und Seide. Als ein Beispiel unter anderen sei hier die Acetylierungsreaktion von Proteinen angeführt, bei welcher ein Teil der freien ε-Aminogruppen des Lysins sowie der OH-Gruppen des Tyrosins acetyliert werden. Da jedoch die entstehenden Acetylverbindungen nicht hydrolysenstabil sind, wird beispielsweise bei einer anschließenden Tyrosinanalyse des acetylierten Proteins das gesamte ursprüngliche Tyrosin wiedergefunden. Wird jedoch das chemisch modifizierte Faserprotein einer milden, erschöpfenden Dinitrophenylierung unterworfen, so werden hierbei die übriggebliebenen funktionellen Gruppen des Tyrosins und des Lysins als hydrolysenbeständige O-DNP- und N-DNP-Verbindungen fixiert**.

Die Hoffnung, daß das dem Auge farblos erscheinende O-DNP-Tyrosin im ultravioletten Bereich, unbeeinflußt durch die gelben N-DNP-Verbindungen, ohne vorherige Abtrennung separat colorimetriert werden könne, hat sich nach Aufnahme und Vergleich der Absorptionsspektren als hinfällig erwiesen. Aus Abb. 1 wird deutlich, in welcher Weise das

* Aus der Dissertation E. R. Fritze, Heidelberg 1955.

** Auf Grund der Ähnlichkeit der Absorptionsspektren aller N-DNP-Aminosäuren wird der ε-N-DNP-Lysinwert theoretisch um ein geringes durch die prozentual jedoch kaum ins Gewicht fallenden Aminoendgruppen verfälscht sein.

O-DNP-Tyrosinspektrum durch das Spektrum des ε-N-DNP-Lysins überlappt wird. Um trotzdem an dem Grundsatz der direkten Bestimmung der beiden DNP-Verbindungen im Hydrolysat ohne vorherige Trennung festhalten zu können, war es erforderlich, eine zwei Komponenten umfassende, colorimetrische Methode unter Verwendung der reinen Verbindungen zu entwickeln. G. H. Beaven u. E. R. Holiday[1] beschreiben eine solche, die beiden Aminosäuren Tyrosin und Tryptophan betreffende Zweikomponentenanalyse, sowie ihre Anwendung auf eine Reihe von in verdünnter Natronlauge löslichen Proteinen.

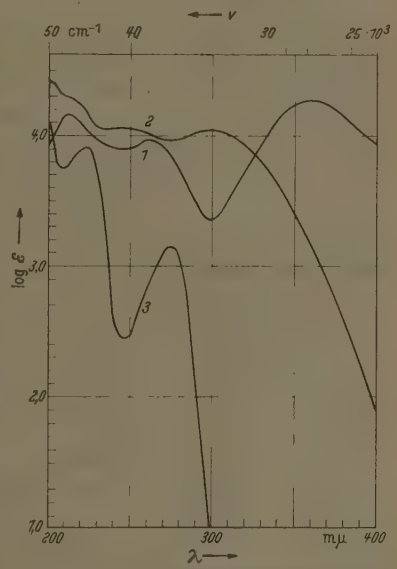

Abb. 1. UV-Absorptionsspektren von ε-N-DNP-Lysin (*1*), O-DNP-Tyrosin (*2*) und Tyrosin (*3*). Alle Spektren in $2{,}8 \cdot 10^{-2}$ n Salzsäure

Im vorliegenden Falle bieten sich beim Vergleich der Spektren sogleich zwei günstig gelegene Absorptionsstellen an, nämlich 300 mμ mit einem breiten Maximum des O-DNP-Tyrosins und einem deutlichen Minimum des ε-N-DNP-Lysins, sowie 360 mμ mit einer breiten Bande des letzteren und dem abfallenden Ast der erstgenannten Verbindung. Dadurch wird keine Messung im Wellenlängenbereich unterhalb 300 mμ erforderlich, was hinsichtlich der in dieses Gebiet fallenden Absorptionen der aromatischen Aminosäuren (siehe Abb. 1 Tyrosin) ein glücklicher Umstand ist. Nach C. Fromageot u. G. Schnek[4] zeigt lediglich Cystin in 0,1 n Salzsäure eine von Null verschiedene, jedoch zu vernachlässigende Absorption (ε = 8—10)*.

2. Grundlagen

Wie alle colorimetrischen Methoden, basiert auch die folgende auf der Erfüllung des Lambert-Beerschen Gesetzes. Da im folgenden ausschließlich mit der Schichtdicke 1 cm gearbeitet wird, vereinfacht sich dessen Formel zu

$$E = \varepsilon \cdot c \qquad (1)$$

E = die Auslöschung oder Extinktion (Density)
ε = molarer, dekadischer Extinktionskoeffizient
c = Gramm-Mole/l

* Eigene Messungen an Wollhydrolysaten.

Angewandt auf das diskutierte Zweikomponentensystem, entstehen zwei lineare Gleichungen mit zusammen zwei Unbekannten, nämlich den jeweiligen Konzentrationen an O-DNP-Tyrosin c_1 und ε-N-DNP-Lysin c_2. Für die beiden bereits genannten bevorzugten Stellen des Spektrums ergibt sich dann

$$E^{300} = \varepsilon_1^{300} \cdot c_1 + \varepsilon_2^{300} \cdot c_2 \quad (2)$$

$$E^{360} = \varepsilon_1^{360} \cdot c_1 + \varepsilon_2^{360} \cdot c_2 \quad (3)$$

Die beiden Extinktionen E^{300} und E^{360} ergeben sich aus den jeweiligen Messungen. Die zwei molaren Extinktionskoeffizienten jeder Substanz für die Wellenlängen 300 mμ und 360 mμ sind konstant.

3. Bestimmung der Absorptionskonstanten

Alle Messungen wurden bei dem sich aus der Praxis ergebenden p_H-Wert einer $2{,}8 \cdot 10^{-2}$ n Salzsäure durchgeführt. Die angegebene Säurekonzentration resultiert aus der Verwendung von 5 ml einer 20,4%igen Salzsäure* zur Proteinhydrolyse, anschließendes Auffüllen auf 100 ml im Meßkölbchen und weiteres Verdünnen auf $^1/_{10}$ der Konzentration, ebenfalls im 100 ml-Meßkölbchen.

Bei der Ermittlung der molaren Extinktionskoeffizienten ist ferner die Reinheit der verwendeten Verbindungen von entscheidender Wichtigkeit. Es wurde daher besondere Sorgfalt auf die Darstellung der beiden DNP-Aminosäuren verwendet.

Durch sorgfältige spektroskopische Messungen können die genauen Lagen der in Frage kommenden Extrema der Spektren wie folgt angegeben werden (Tab. 1):

Tabelle 1

Verbindung	Maximum mμ	Minimum mμ
O-DNP-Tyrosin	298,3	—
ε-N-DNP-Lysin	361,8	300,2

Der Einfachheit halber wurden im folgenden dessenungeachtet die Extinktionen bei 300,0 mμ und 360,0 mμ gemessen, was bei den relativ sehr flachen Banden zu keinem merklichen Verlust an Empfindlichkeit führt. — Zur Ermittlung der molaren Absorptionskoeffizienten bei den Wellenlängen 300 und 360 mμ wurden nur solche Extinktionen berücksichtigt, die innerhalb des günstigen Meßbereichs von 0,1—1 lagen, was etwa folgenden Konzentrationen entspricht:

O-DNP-Tyrosin: 300 mμ $c \leqq 6{,}0 \cdot 10^{-5}$ Mol/l
360 mμ $c \geqq 7{,}5 \cdot 10^{-5}$ Mol/l
ε-N-DNP-Lysin: 300 mμ $c \geqq 5{,}5 \cdot 10^{-5}$ Mol/l
360 mμ $c \leqq 5{,}0 \cdot 10^{-5}$ Mol/l

* konstant siedendes Gemisch, $k_{p760} = 110°$ C, bereitet aus konz. Salzsäure p. a. Merck.

Ferner wurden Konzentrationen unter $3 \cdot 10^{-5}$ Mol/l und über $10 \cdot 10^{-5}$ Mol/l vermieden, da sich bei der Überschreitung dieser Grenzen die Streuungen vergrößern oder das Beersche Gesetz nicht mehr streng gültig ist.

Tabelle 2. *Molare Absorptionskoeffizienten*

Verbindung	O-DNP-Tyrosin		ε-N-DNP-Lysin	
Wellenlänge	300	360	300	360
ε	10582	1448	2225	18480
Variationskoeff. % . . .	0,55	1,1	0,47	0,53

Setzt man die aus 12 Meßwerten gebildeten Mittelwerte der molaren Extinktionskoeffizienten (Tab. 2) in die Gleichungen 2 und 3 ein, so erhält man die beiden *Analysengleichungen*:

$$c_{\text{O-DNP-Tyrosin}} = (9{,}610 \cdot E_{300} - 1{,}157 \cdot E_{360}) \cdot 10^{-5}\ [\text{Mol/l}] \quad (4)$$

$$c_{\varepsilon\text{-N-DNP-Lysin}} = (5{,}502 \cdot E_{360} - 0{,}753 \cdot E_{300}) \cdot 10^{-5}\ [\text{Mol/l}] \quad (5)$$

Multipliziert man mit den jeweiligen Molekulargewichten:

347,278 (freies O-DNP-Tyrosin)
312,280 (freies ε-N-DNP-Lysin)

so erhält man die Konzentrationen c' [g/l].

4. Fehlerrechnung

Die Art und Weise, in der sich Meßfehler auf das Endresultat auswirken, ist bei der Mischmethode nicht einfach und soll hier nicht erschöpfend behandelt werden; es soll nur auf einige wichtige Aspekte aufmerksam gemacht werden. So gehen in das Verfahren 6 Meßgrößen, 4 molare Extinktionskoeffizienten (ε-Werte) und 2 absolute Extinktionen (E-Werte) ein, wobei jeder Vorgang Fehler birgt. Die ε-Werte können theoretisch durch beliebig häufige Einzelmessungen der reinen Substanzen in beliebigem Maße von zufälligen Fehlern befreit werden. Die aus Tab. 2 ersichtlichen Variationskoeffizienten liegen für die beiden Maxima und das Minimum bei 0,5%; die größere Unsicherheit am abfallenden Ast des O-DNP-Tyrosinspektrums macht sich sogleich durch einen doppelt so hohen, jedoch 1% kaum übersteigenden Variationskoeffizienten bemerkbar. In Tab. 3 sind die prozentualen Abweichungen bei den Gewichtsverhältnissen 3 : 1 und 1 : 3 aufgeführt, die auftreten, wenn die Meßfehler der E-Werte 1% betragen.

Weiterhin lassen sich unter Verwendung der mittleren molaren Extinktionskoeffizienten bei 295 und 305 mμ die prozentualen Fehler berechnen, die bei einer Verschiebung der Wellenlänge um 5 mμ nach oben oder unten auftreten. Tab. 4 gibt das Ergebnis beim Molverhältnis 1 : 1 wieder.

Tabelle 3

% E^{300}	% E^{360}	O-DNP-Tyrosin / ε-N-DNP-Lysin = 3/1		O-DNP-Tyrosin / ε-N-DNP-Lysin = 1/3	
		O-DNP-Tyrosin	ε-N-DNP-Lysin	O-DNP-Tyrosin	ε-N-DNP-Lysin
+1	−1	+1,0%	−1,8%	+2,9%	−1,2%
−1	+1	−1,2%	+1,5%	−2,9%	+1,1%
+1	+1	+0,7%	+0,9%	+1,5%	+1,0%
−1	−1	−1,1%	−1,4%	−1,3%	−1,1%

Tabelle 4

	O-DNP-Tyrosin	N-DNP-Lysin
$\bar{\varepsilon}^{295}$	10550	2505
$\bar{\varepsilon}^{355}$	1950	17980
Fehler beim Molverhältnis 1:1	+2,2%	−1,2%
$\bar{\varepsilon}^{305}$	14400	2420
$\bar{\varepsilon}^{365}$	1090	18400
Fehler beim Molverhältnis 1:1	+1,7%	−0,9%

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß hier ein Zweikomponentensystem vorliegt, bei welchem die Verhältnisse bezüglich einer Mischanalyse außerordentlich günstig sind. Besonders fällt dabei die relativ geringe Verfälschung der Resultate durch Wellenlängenverschiebungen von 50 Å auf. Zum Vergleich sei hier angeführt, daß in dem von Beaven u. Holiday[1] beschriebenen spektroskopischen System, Tyrosin/Tryptophan, durch eine Verschiebung um nur 10 Å schon Fehler von + 13,8% bzw. — 16,0% hervorgerufen werden.

5. Mischungen der reinen Substanzen

In Tab. 5 sind in einer Reihe reiner Substanzmischungen die spektroskopisch gefundenen Konzentrationen den tatsächlich vorhandenen gegenübergestellt, wobei die sehr gute Übereinstimmung der entsprechenden Werte den hohen Genauigkeitsgrad der Methode verdeutlicht.

Tabelle 5

E^{300}	E^{360}	gefunden		tatsächlich	
		O-DNP-Tyrosin mg/l	ε-N-DNP-Lysin mg/l	O-DNP-Tyrosin mg/l	ε-N-DNP-Lysin mg/l
0,528	0,283	16,45	3,62	16,41	3,62
0,478	0,108	15,53	0.71	15,48	0,69
0,668	0,478	20,35	6,64	20,29	6,63
0,247	0,862	4,55	14,20	4,51	14,18
0,089	0,745	—	12,57	—	12,64
0,591	0,078	19,37	—	19,34	—

6. Anwendungsergebnisse

Die dinitrophenylierten Faserproteine[3] werden in genau gewogenen Portionen von je 80—100 mg Trockengewicht (10 Std bei 105° C im Heraeus-Trockenschrank getrocknet), in dickwandige Reagensgläser von etwa 15 cm Länge eingebracht, welche nach Zugabe von 5 ml konstant siedender p.a. Salzsäure zugeschmolzen werden. Nach zwölfstündiger Hydrolyse, wobei mehrmals vorsichtig umgeschüttelt wird, werden die Einschmelzgläser vorsichtig geöffnet und ihr Inhalt wird quantitativ in je ein 100 ml-Meßkölbchen übergeführt und mit Wasser aufgefüllt. Die bei der Hydrolyse mehr oder weniger stark gebildeten Huminsubstanzen besitzen eine Eigenabsorption und rufen auf Grund ihres kolloidalen Charakters eine Streuungsabsorption (E_{Tyndall}) hervor. Um diese beiden unerwünschten Effekte auszuschalten, bewährte sich folgendes Verfahren:

Das in beschriebener Weise verdünnte Proteinhydrolysat wird durch eine kleine Celite-Säule (Filter-Cel, Johns-Manville USA) einfach und schnell geklärt. Dazu wird ein kleiner Büchnertrichter aus Porzellan mit einem Durchmesser der Bodenplatte von etwa 10 mm mit einem Papierfilter versehen, auf welches genau 0,25 g Filter-Cel gebracht werden. Mit Hilfe eines Glasstabes wird bei ständigem Saugen die kleine Säule sorgfältig gestopft. Hierauf werden ebenfalls unter Saugen (Wasserstrahlpumpe) etwa 80 ml der Hydrolysenlösung filtriert, wodurch die Säule mit Sicherheit einen stationären Sättigungszustand erreicht. Die restlichen 20 ml fängt man gesondert auf und pipettiert davon 10 ml in ein weiteres 100 ml-Meßkölbchen und erhält so nach dem Auffüllen die fertige Meßlösung. Zahlreiche Blindversuche zeigen, daß durch diese Art von Klärung keine nennenswerten Fehler verursacht werden. Gemessen wird gegen eine entsprechend verdünnte Salzsäure.

In Tab. 6 sind einige praktische Ergebnisse aufgeführt.

Tabelle 6

	Einw.	E^{360}	E^{360}	O-DNP-Tyrosin		ε-N-DNP-Lysin	
	mg/l			mg/l	%	mg/l	%
DNP-Seide . .	90,2	0,582	0,167	18,75	20,75	1,496	1,66
korrigiert . . .	—	0,566	0,162	18,18	20,10	1,453	1,61
DNP-Wolle. . .	105,6	0,500	0,427	14,93	14,16	6,16	5,84
korrigiert . . .	—	0,475	0,417	14,16	13,42	6,04	5,72
DNP-Acetylwolle	94,8	0,191	0,157	5,74	6,06	2,24	2,37
korrigiert . . .	—	0,134	0,138	3,91	4,13	2,05	2,16

Die jeweils angegebenen, korrigierten Werte werden erhalten, wenn man die gemessenen Extinktionen um eine, aus Messungen des nicht dinitrophenylierten Proteins ermittelte, individuelle Restabsorption vermindert; dieser Betrag ist beispielsweise bei der ursprünglich schon gelben Acetylwolle relativ hoch.

Diskussion

Aus 100 g Seide erhält man theoretisch bei einem mittleren Tyrosingehalt von 12,5% (11,3% reine Tyrosinreste) und einem Lysingehalt von etwa 0,8% (0,75% reine Lysinreste*), vollständige Dinitrophenylierung vorausgesetzt, 112,47 g DNP-Seide und bei anschließender Hydrolyse 24,05 g O-DNP-Tyrosin und 1,83 g ε-N-DNP-Lysin; das sind theoretisch

21,4% O-DNP-Tyrosin
und 1,615% ε-N-DNP-Lysin.

Die Differenz gegenüber dem gefundenen Prozentgehalt an O-DNP-Tyrosin läßt sich durch die Tatsache erklären, daß einige Tyrosingruppen der Dinitrophenylierung nicht zugänglich sind, ein Befund, der durch die Tyrosinanalyse bestätigt wird. Nach Hoover u. Mitarb. wären nur 0,87% ε-N-DNP-Lysin zu erwarten.

Im Falle der Wolle läßt sich keine solche Übereinstimmung mit der Theorie wie bei der Seide erzielen. Nach analoger Berechnung wären, vollständiger Umsatz vorausgesetzt, 10,2% O-DNP-Tyrosin und 6,5% ε-N-DNP-Lysin zu erwarten. Der gefundene geringere Lysinwert läßt sich leicht mit einer bekanntlich eingeschränkten Zugänglichkeit der ε-Aminogruppen erklären. Der Prozentgehalt des O-DNP-Tyrosins wird jedoch um etwa 4% zu hoch gefunden (auch bei der Wolle sind nur 85% der phenolischen OH-Gruppen des Tyrosins zugänglich). Bei der außerordentlichen Ähnlichkeit des Absorptionsspektrums des 2,4-Dinitrophenols ($\varepsilon^{300} = 9130$; $\varepsilon^{360} = 2240$) mit demjenigen des O-DNP-Tyrosins, liegt die Vermutung nahe, daß bei der Dinitrophenylierung und dem anschließenden Reinigungsverfahren 2,4-Dinitrophenol (entstanden aus Fluordinitrobenzol durch Hydrolyse) auf die Wollfaser aufgezogen ist. In einem Vergleichsversuch, bei welchem unbehandelte Wolle unter extremen Bedingungen mit 2,4-Dinitrophenol regelrecht gefärbt wurde (Analogie zur Färbung mit sauren Wollfarbstoffen), konnte dieses jedoch in dem üblichen 0,1 n Salzsäure-Bad bei Zimmertemperatur entfernt werden, wonach sich diese Wolle spektroskopisch in keiner Weise mehr von gewöhnlicher, unbehandelter Wolle unterschied. DNP-Wolle wurde hierauf sogar bis zu 4 Std mit 0,1 n Salzsäure am Rückfluß gekocht, was jedoch keine Veränderungen der Prozentgehalte bewirkte. Bei der Dinitrophenylierung des Kollagens beobachteten erstmalig H. Zahn u. D. Wegerle[10] die Bildung des Tetranitrodiphenyläthers (DNP-Dinitrophenol). Diese Verbindung ist leicht acetonlöslich und kann daher nach der obligatorischen 6stündigen Acetonextraktion der DNP-Faser

* S. R. Hoover, E. L. Kokes u. R. F. Peterson[5] geben für Seide einen Lysingehalt von 0,44% an; aus vorliegenden Messungen, sowie anderweitigen Beobachtungen von H. Zahn u. H. Zuber geht hervor, daß der Lysingehalt etwa doppelt so hoch ist.

im Soxhlet nicht mehr als Störung in Betracht kommen. Nach Modellversuchen von H. Zahn u. H. Pfannmüller[6] über die Dinitrophenylierung des α-N-Benzoylhistidins geht das entsprechende DNP-Produkt unmittelbar nach seiner Bildung in 2,4-Dinitranilin und eine farblose Verbindung über. Abgesehen davon, daß Dinitranilin ebenfalls bei der Acetonextraktion entfernt wird, würde es auf Grund seiner spektroskopischen Ähnlichkeit mit dem N-DNP-Lysin eher zu einer Erhöhung des Prozentgehaltes des letzteren führen. Die Tatsache, daß die Variation der Hydrolysenzeiten von 12 bis 24 Std ebenfalls zu keiner Änderung des spektroskopischen Ergebnisses führte, schließt eine nachträgliche Entstehung von störendem 2,4-Dinitrophenol aus ε-N-DNP-Lysin aus.

Die Kurve 2 in Abb. 2 zeigt das Absorptionsspektrum eines DNP-Wollhydrolysats; zum Vergleich sind in Kurve 3 die spektroskopischen Verhältnisse wiedergegeben, die sich aus einem theoretisch zu erwartenden O-DNP-Tyrosingehalt von etwa 10,0% bei einem gleichzeitigen N-DNP-Lysingehalt von 5,6%, unter Zugrundelegung der entsprechenden Spektren rechnerisch ermitteln lassen.

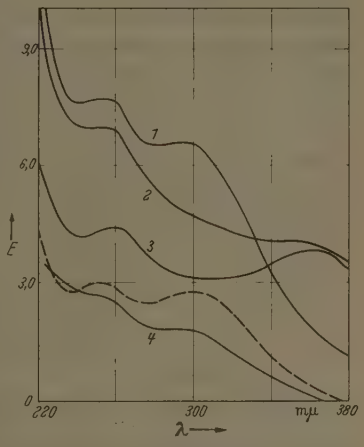

Abb. 2. *1* DNP-Seide: c′ = 1 g/l; *2* DNP-Wolle: c′ = 1 g/l; *3* Theoretische Absorptionskurve, berechnet für 1 g Protein mit 10,0% O-DNP-Tyrosin, ohne Untergrundabsorption. Lösungsmittel = $2{,}8 \cdot 10^{-3}$ n Salzsäure

Durch Differenzbildung resultiert aus den Kurven 2 und 3 die Kurve 4. Diese Kurve zeigt nun den charakteristischen Habitus einer O-DNP-Verbindung (zum Vergleich O-DNP-Tyrosin gestrichelt) und schließt somit das Vorliegen störender Mengen an S-DNP-Gruppen aus. S-DNP-Cystein besitzt nach H. Zahn u. K. Traumann[9] eine charakteristische Bande bei 327,5 mμ.

Aus diesen experimentellen und rechnerischen Befunden muß der Schluß gezogen werden, daß in der Wolle mehr reaktive OH-Gruppen vorhanden sind, als dem Tyrosin allein entsprechen. — S. Blackburn u. H. Phillips[2] beobachteten einen ähnlichen Effekt bei der Methylierung der Wolle mittels Dimethylsulfat, wobei sie beträchtlich mehr Methoxyl fanden, als theoretisch zu erwarten war.

7. O-DNP-Tyrosinhydrochlorid

Die Darstellung erfolgte mit geringfügigen Abweichungen in der von H. Zahn u. A. Würz[11] beschriebenen Weise.

4 g Tyrosin werden in 1800 ml Wasser in der Siedehitze gelöst. Dabei ist es sehr wichtig, daß das Tyrosin restlos gelöst ist. Ungelöstes Tyrosin entzieht sich der anschließenden Komplexbildung und setzt sich zu dem unerwünschten und durch Umkristallisation später nicht entfernbaren Di-DNP-Tyrosin um, welches auf Grund seiner N-DNP-Gruppe gelb gefärbt ist und somit eine beträchtliche Verfälschung des Spektrums verursacht. Der Tyrosinlösung werden in der Hitze 3,6 g Na-hydrogencarbonat und 1,5 g Cu-carbonat zugelöst. In einem 3 l-Becherglas werden nun diese Lösung, sowie eine kurz zum Sieden erhitzte Lösung von 6 g Fluordinitrobenzol in 250 ml Äthanol zusammengegossen. Daß dieser Vorgang bei der höchstmöglichen Temperatur durchgeführt wird, ist aus dem bereits erwähnten Grunde ebenfalls von größter Wichtigkeit für die spektroskopische Reinheit des Endproduktes. Es wird noch etwa 10 min kräftig gerührt und dann über Nacht im Eisschrank stehen gelassen, damit der Cu-Komplex des O-DNP-Tyrosins vollständig ausfallen kann. Der abfiltrierte Komplex wird hierauf in 1200 ml 2 n Salzsäure heiß gelöst. Aus der grünen Lösung scheidet sich beim Erkalten das Hydrochlorid des O-DNP-Tyrosins reichlich und schon fast rein weiß ab. Nach zweimaligem Umkristallisieren aus 2 n Salzsäure unter Verwendung von Carboraffin C ändert sich das Spektrum nicht mehr*. Ausb. Reinprodukt 5,8 g (68% d. Th). Die Verbindung ist rein weiß und feinkristallin, sie beginnt bei 229° C zu sintern und schmilzt bei 232° C unter Zersetzung.

$C_{15}H_{13}O_7N_3 \cdot HCl$		(383,74)
Ber.:	C 46,95	H 3,68	N 10,95
Gef.:	C 47,03	H 3,71	N 10,92

8. ε-N-DNP-Lysinhydrochlorid

Die Darstellung erfolgte nach R. R. Porter u. F. Sanger[7].

Man löst 3 g L-Lysindihydrochlorid in 150 ml Wasser, gibt bei einer Temperatur, die 50° C nicht übersteigen soll, 9 g Na-hydrogencarbonat und 1,5 g fein pulverisiertes Cu-carbonat zu und rührt etwa 10 min lang. Hierauf wird vom ungelösten Cu-carbonat abfiltriert und mit einer Lösung von 4,5 g Fluordinitrobenzol in 200 ml Äthanol vereinigt; während des Rührens erstarrt die Reaktionsmischung nach wenigen Minuten. Zur Sicherheit wird über Nacht im Eisschrank stehen gelassen und dann abfiltriert. Der Kupferkomplex wird wie beim Tyrosin mit 2 n Salzsäure in der Hitze zersetzt und das beim Abkühlen ausfallende Hydrochlorid des ε-N-DNP-Lysins mehrmals unter Zugabe von Aktivkohle aus dem gleichen Lösungsmittel umkristallisiert, bis sich das Spektrum nicht mehr ändert. Ausb. Reinprodukt 3,2 g (63% d. Th). Die Verbindung bildet große gelbe Kristallnadeln und enthält 1 Mol Kristallwasser, sie ist i.V. getrocknet (H_2SO_4) etwas hygroskopisch und außerdem lichtempfindlich. Fp 192° C, (Porter u. Sanger 184° C).

$C_{12}H_{16}O_6N_4 \cdot HCl \cdot H_2O$		(366,76)
Ber.:	C 39,30	H 5,23	N 15,28
Gef.:	C 39,41	H 5,26	N 15,22

Zusammenfassung

Zur quantitativen Bestimmung des Zweikomponentensystems O-DNP-Tyrosin/ε-N-DNP-Lysin wurde eine absolutcolorimetrische Methode im UV-Bereich ausgearbeitet. Der Genauigkeitsgrad entspricht mit ± 0,3%

* Reines Wasser eignet sich zur Umkristallisation nicht, da hierbei schon in geringem Maße eine Abspaltung der DNP-Gruppe stattfindet, was eine Gelbfärbung der Substanz bewirkt.

etwa dem der Elementaranalyse. Die Eigen- und Streuungsabsorption von Huminsubstanzen (E_{Tyndall}) konnte ausgeschaltet werden, wodurch eine Anwendung auf Hydrolysate dinitrophenylierter Faserproteine ermöglicht wurde. Während bei Seide gute Übereinstimmung mit der Theorie erreicht werden konnte, wird bei Wolle stets eine zusätzliche, konstante Menge O-DNP-Tyrosin gefunden. Durch Differenzbildung zwischen den Werten eines Spektrums der DNP-Wolle und eines aus den theoretischen Mengen O-DNP-Tyrosin und ε-N-DNP-Lysin errechneten Spektrums wurde gezeigt, daß bei Wolle durch die Dinitrophenylierung noch weitere OH-Gruppen unbekannter Zuordnung erfaßt worden sind.

Wir danken dem Internationalen Wollsekretariat, London und Düsseldorf, sowie der Deutschen Forschungsgemeinschaft, Bad Godesberg, für die Förderung der vorliegenden Arbeit.

Literatur

[1] Beaven, G. H., u. E. R. Holiday: Advances in Protein Chemistry, VII, New York 1952, S. 369ff. — [2] Blackburn, S., u. H. Phillips: Biochemic. J. **38**, 171 (1944). — [3] Fritze, E. R., u. H. Zahn: Biochem. Z. **327**, 126 (1955). — [4] Fromageot, C., u. G. Schnek: Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **6**, 113 (1950). — [5] Hoover S. R., E. L. Kokes und R. F. Peterson: Textile Res. J. **18**, 423 (1948). — [6] Pfannmüller, H.: Diplomarbeit, Heidelberg 1954. — [7] Porter, R. R., u. F. Sanger: Biochemic J. **42**, 287 (1948). — [8] Sanger, F.: Biochemic. J. **39**, 507 (1945). — [9] Zahn, H., u. K. Traumann: Z. Naturforsch. **9b**, 518 (1954). — [10] Zahn, H., u. D. Wegerle: Das Leder **5**, 121 (1954). — [11] Zahn, H., u. A. Würz: Biochem. Z. **322**, 327 (1952).

Prof. Dr. Ing. H. Zahn, Deutsches Wollforschungsinstitut, Aachen, Veltmanplatz

---

Aus dem anorganisch-chemischen Institut der Technischen Universität Berlin

Ein Kationentrennungsgang auf papierchromatographischer Grundlage

Von

E. Blasius und W. Göttling

Mit 1 Textabbildung

(Eingegangen am 20. März 1958)

Über vollständige Analysengänge, die unter Anwendung der papierchromatographischen Arbeitsweise durchgeführt werden, liegen nur vereinzelt Veröffentlichungen vor[2,4,8,10]. Dagegen werden viele papierchromatographische Gruppentrennungen beschrieben (u. a.[3,9,11–13]). Mit Ausnahme von Pollard u. McOmie[10] scheiden die Autoren mit den üblichen Fällungsreagentien Gruppen von Elementen ab, die sie anschließend papierchromatographisch trennen. Surak u. Martinovich[12] bearbeiten nur die sogenannten häufigeren Elemente, Pfeil u. Mitarb.[9]

dagegen auch die selteneren. Die letztgenannten Verfasser nehmen eine Unterteilung in je eine Schwefelwasserstoff-, Ammoniumsulfid-, Ammoniumcarbonat- und Alkaligruppe vor.

Überschreiten die auf den Chromatogrammen nachzuweisenden Elemente eine durch die Arbeitsmethode und die relativen Mengenverhältnisse bedingte Anzahl, so ist erfahrungsgemäß eine einwandfreie Identifizierung schwierig.

In der vorliegenden Arbeit wird das Docht-Zirkular-Verfahren[5] verwendet, da es auf Grund seiner zweidimensionalen Wirkung auch die Trennung größerer und unterschiedlicher Mengen gestattet. Das Verfahren arbeitet schnell und erlaubt die Trennung mehrerer Proben auf einem Chromatogramm. Einwandfreie Ergebnisse sind auch hier nur dann zu erzielen, wenn bei scharfer Trennung noch ausreichende Zwischenräume zwischen benachbarten Zonen bleiben. Da Schalen mit 25 cm Durchmesser verwendet werden, lassen sich auf einem Chromatogramm 4 bis 5 Kationen einwandfrei trennen. Um so kleine Gruppen zu erhalten, ist gegenüber den anfangs zitierten Autoren eine vermehrte Anzahl von Gruppenfällungen erforderlich. Dies bedingt einen größeren Arbeitsaufwand, doch werden wegen der geringeren Kationenzahl in jeder Gruppe bessere Trennungen und damit bessere Ergebnisse erzielt.

Die Gruppeneinteilung entspricht der von Jander u. Wendt[7] beschriebenen. Zwischen Salzsäure- und Schwefelwasserstoffgruppe wird eine Reduktionsgruppe eingeschoben. Größere Gruppen werden unterteilt. Papierchromatographisch werden folgende Elementkombinationen getrennt:

Salzsäuregruppe:	Ag, Pb, Hg(I), Tl(I)	Chromgruppe:	Cr, U, V
Reduktionsgruppe:	Au, Pt, Se, Te	Aluminiumgruppe:	Al, Be
Arsengruppe:	As, Sb, Sn, Mo	Zinkgruppe:	Zn, Co, Mn, Ni
Kupfergruppe:	Cu, Pb, Hg(II), Cd, Bi	Erdalkaligruppe:	Mg, Ca,Sr, Ba
Titangruppe:	Ti, Zr, Ce, Fe	Alkaligruppe:	Li, Na, K

Eine besonders weitgehende Vortrennung ist in der Ammoniumsulfidgruppe erforderlich, da sich diese Elemente stark untereinander beeinflussen und nur schwer zu trennen sind.

Arbeitsmethodik

Es werden Papiere der Sorte 2043 und 2045 von Schleicher & Schüll, Dasseln, verwendet. In vielen Fällen reicht die Reinheit der käuflichen Papiere aus. Anderenfalls werden die Papiere einem Durchlaufprozeß mit dem Gruppenlaufmittel unterworfen und dadurch gereinigt.

Die Apparatur besteht aus Doppelschalen der Firma Hormuth & Vetter, Heidelberg, mit einem Durchmesser von 25 cm und einer Einzelschalenhöhe von 5 cm. In flachen Einsatzschalen von 7 cm Durchmesser werden etwa 30 ml des Laufmittels in die Doppelschalen gestellt. Das Laufmittel wird 3 Std vor Beginn der eigentlichen Trennung in die Apparatur gebracht, damit eine Sättigung der Atmosphäre an Laufmitteldämpfen erfolgen kann.

Das Papier wird in quadratische Stücke mit 26 cm Kantenlänge geteilt. Die Substanz wird gelöst und etwa 3 μl der Lösung werden auf dem Auftragekreis mit einem Radius von 1,5 cm unter 45° zur Laufrichtung aufgetragen (siehe Abb. 1). Im Mittelpunkt des Chromatogrammes bohrt man ein 4 mm weites Loch, durch das ein zu einem Docht zusammengerollter 4 cm breiter Papierstreifen gesteckt wird. Der Laufvorgang wird beendet, wenn die Laufmittelfront sich dem Schalenrand auf $^1/_2$ cm genähert hat. Nach dem Aufsprühen der Reagentien markiert man die Zonen und ermittelt die R_f-Werte. Die Nachweisgrenzen bei Verwendung der nachstehend aufgeführten Reagentien liegen zwischen 0,1 μg (z. B. bei Al und Be) sowie 10 μg (bei Sn). Die ermittelten R_f-Werte sind in der zweiten Stelle hinter dem Komma auf 0 oder 5 auf- bzw. abgerundet. Die Genauigkeit ist nicht größer, da die R_f-Werte von vielen Faktoren wie Konzentration, Fremdsalzgehalt, Temperatur usw. abhängen. Bei qualitativ analytischem Arbeiten sind weniger die absoluten Werte von Bedeutung als vielmehr die Reihenfolge, in der die Stoffe getrennt werden. Die zuverlässigsten Analysenergebnisse erhält man, wenn auf einem Chromatogramm neben der Analysenlösung eine Vergleichslösung läuft und die Zonen direkt miteinander verglichen werden können.

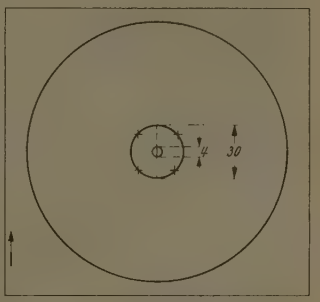

Abb. 1. Anordnung der Probesubstanz auf dem Chromatographierpapier, + Auftragepunkte

Zum Nachweis werden folgende Reagentien benötigt:

1. Ammoniumsulfid (gelb): Lösung etwa 5% ig an $(NH_4)_2S_x$,
2. $SnCl_2$ + KJ: 5 g $SnCl_2$ und 0,2 g KJ in 100 ml 2,5% iger Salzsäure,
3. KJ: 5% ig in Wasser,
4. Kaliumhexacyanoferrat(II): 5% ig in Wasser,
5. Zinkuranylacetat: gesättigt in 2 n Essigsäure,
6. Benzidin: 0,05 g in 100 ml 10% iger Essigsäure,
7. Dithizon: 0,1 g in 100 ml Aceton,
8. 8-Hydroxychinolin: 0,5 g in 100 ml 60% igem Äthanol,
9. Alizarin S: 0,1% ig in Wasser,
10. Rhodizonsäure: 0,1% ig in Wasser (stets frisch bereitet),
11. Reagens auf Co, Mn und Ni: 0,05 g Alizarin, 0,05 g Rubeanwasserstoffsäure und 0,4 g Salicylaldoxim in 100 ml 96% igem Äthanol,
12. Na-Pb-Co-Hexanitrit[1]: Man löst 11,5 g Bleinitrat und 15 g Natriumnitrit in 50 ml Wasser, gibt 10 g Kobaltnitrat zu und füllt mit Wasser erst auf 100 ml dann auf 200 ml auf.

Durchführung der Analyse

Etwa 50 mg der Analysensubstanz werden in 1—2 ml stark verd. Salpetersäure gelöst. Die Lösung wird tropfenweise mit konz. Salzsäure in der Kälte versetzt, bis die Fällung vollständig ist. Man zentrifugiert den Niederschlag ab und wäscht ihn mit kaltem schwach HCl-haltigem Wasser. Anschließend löst man ihn in einigen Tropfen eines Gemisches aus gleichen Teilen gesättigter Ammoniumrhodanid- und 20% iger Ammoniumacetatlösung in der Wärme. Ein Tropfen (etwa 2—5 μl) der heißen Lösung wird aufgetragen.

Salzsäuregruppe:

Laufmittel: 10%ige wäßrige Ammoniumacetatlösung (ohne vorhergehende Sättigung der Atmosphäre),
Papier: 2045a,
Laufzeit: 3 Std,
R_f-Werte: Pb: 0,95; Ag: 0,80; Tl: 0,75; Hg(I): 0,65,
Nachweise: Mit gelbem Ammoniumsulfid besprüht werden Tl und Pb gelb bis braun und Ag und Hg grau.

Der beim Lösen in verd. HNO_3 verbliebene Rückstand wird, sofern möglich, in konz. Säuren gelöst. Die Lösung vereinigt man mit dem Filtrat der Salzsäuregruppe und engt mit konz. Salzsäure ein. Aus 2 n salzsaurer Lösung fallen in der Wärme mit Hydraziniumchlorid Au, Se, Te und Pt. (Pt gehört nicht in diese Gruppe, doch wird es bei Gegenwart der anderen Metalle teilweise reduziert. Seine Abtrennung ist daher nicht immer vollständig und kann ganz ausbleiben. Dann tritt Pt in der Arsengruppe auf.) Der Niederschlag wird in 1 ml konz. Salzsäure + 4 Tropfen 30%igem H_2O_2 gelöst. Die Lösung wird stark eingeengt und ein Tropfen aufgetragen.

Reduktionsgruppe:

Laufmittel: 80% Äthanol — 20% 2 n Essigsäure,
Papier: 2043a,
Laufzeit: 4 Std,
R_f-Werte: Au: 1,0; Se: 0,60; Pt: 0,50; (0,90); Te: 0,0,
Nachweise: $SnCl_2$ + KJ in salzsaurer Lösung färben Se und Pt orange, Au violett und Te grau.

Man engt das Filtrat mit 1 ml konz. Salzsäure ein und setzt 2%ige Thioacetamidlösung hinzu. Beim Erwärmen fallen die Sulfide der Schwefelwasserstoffgruppe aus. Wenn die Fällung vollständig ist, wird mit H_2S-haltigem Wasser ausgewaschen. Der Niederschlag wird dann mehrmals mit $^1/_2$ ml 0,5 n Kalilauge[6] unter kräftigem Schütteln 10 min im siedenden Wasserbad erwärmt. Die Sulfide der Arsengruppe lösen sich, die der Kupfergruppe bleiben zurück.

Die Sulfide der Kupfergruppe wäscht man mit KOH-haltigem und danach mit H_2S-haltigem Wasser und löst sie anschließend in einem Gemisch von Salzsäure-H_2O_2.

Kupfergruppe:

Laufmittel: 49% tert. Butanol (Volumprozente bei Schmelztemperatur) — 33% Aceton — 10% Wasser — 5% Acetylaceton — 3% Salpetersäure (D 1,40).
Papier: 2043a,
Laufzeit: 15 Std,
R_f-Werte: Hg: 1,0; Bi: 0,65; Cu: 0,35; Cd: 0,25; Pb: 0,15,
Nachweise: Dithizon färbt Hg orange, Bi und Cd violett, Cu bräunlich. Anschließendes Besprühen mit Rhodizonsäure färbt Pb violett.
Die Sulfide der Arsengruppe werden durch Ansäuern mit Salzsäure ausgefällt, mit H_2S-haltigem Wasser gewaschen und in Salzsäure-H_2O_2 gelöst.

Arsengruppe:

Laufmittel: 68% Essigsäureäthylester — 12% Methanol — 20% Oxalsäure (10%ig in Wasser). Die obere Phase wird verwendet.
Papier: 2043a,
Laufzeit: 3 Std,
R_f-Werte: Sb: 1,0; Sn: 0,80; As: 0,50; Mo: 0,40; (Pt: 0,20),

Nachweise: Dithizon färbt Sn violett und Sb orange. Nach dem Trocknen wird mit KJ besprüht. Sb wird in der Kälte, As in der Wärme braun. Treten die Flecke nur schwach hervor, sprühe man konz. Salzsäure auf. Kaliumhexacyanoferrat(II) färbt Mo graubraun. Pt erzeugt auf einem neuen Streifen mit $SnCl_2$ + KJ eine orange Färbung. Sb wandert oft unter Schweifbildung.

Das Filtrat wird zuerst zur Zerstörung überschüssigen Thioacetamides mit 1 ml konz. Salpetersäure eingedampft. Mit Salzsäure vertreibt man die Salpetersäure und reduziert durch Zusatz von Äthanol Chromat und Permanganat. Mit Ammoniak wird so weit abgestumpft, bis der an der Eintropfstelle sich bildende Niederschlag gerade noch gelöst wird oder p_H 1 erreicht ist. Die Abtrennung von störenden Anionen insbesondere Phosphat und Wolframat erfolgt mit Ionenaustauschern[2]. Enthält die Lösung keine selteneren Elemente, dann ist ein Kationenaustauscher z. B. Permutit RS, in der H^+-Form zu empfehlen. Da diese Austauscher besonders Ti, Zr, Ce und weitere Elemente sehr fest binden, verwendet man in deren Gegenwart Anionenaustauscher wie Permutit ESB in der Cl^--Form. Die Analysenlösung gibt man am Kopf einer Säule mit dem Durchmesser 1,6 cm und einer Füllhöhe von 20 cm Permutit ESB auf. Die Durchlaufgeschwindigkeit beträgt 0,5 ml/min. Eine Abtrennung des Vanadates gelingt weder mit dem Kationen- noch dem Anionenaustauscher. Bei seiner Gegenwart wird vor der Hydrolysentrennung eine ausreichende Menge $FeCl_3$-Lösung zugegeben. — Mit Ammoniak und Ammoniumcarbonat wird abgestumpft und mit einer Urotropinlösung in der Wärme gefällt. Der Niederschlag wird mit heißem Wasser gewaschen und in Salzsäure gelöst. Die möglichst schwach salzsaure Lösung läßt man in ein Gemisch von 1 ml 30%iger Natronlauge und 1 ml 3%igem Wasserstoffperoxyd fließen und erwärmt, bis die Gasentwicklung aufhört. Die Hydroxyde der Titangruppe fallen aus, während die Elemente der Aluminiumgruppe in Lösung bleiben. Die Hydroxyde werden in Salzsäure gelöst.

Titangruppe:

Laufmittel: 83% Äthanol — 17% Salzsäure (D 1,190),
Papier: 2043a, vorher zu reinigen,
Laufzeit: 10 Std,
R_f-Werte: Zr: 0,0—0,05; Ce: 0,05—0,15; Ti: 0,55; Fe: 1,0.

Nachweise: Oxin/NH_3 färben Ti stark und Ce schwach gelb, Fe blauschwarz. Nach dem Trocknen und Besprühen mit Alizarin S und Ammoniak werden Ce violett und Zr rot.

Zum Filtrat der NaOH-H_2O_2-Fällung wird Salzsäure zugesetzt, bis die Lösung gerade ganz schwach sauer reagiert. Man engt auf 1 ml ein, versetzt erst mit 0,2 ml 2 n Salzsäure und anschließend mit schwefliger Säure, bis die Lösung nach SO_2 riecht. Überschüssiges SO_2 wird verkocht. Nach dem Abkühlen gibt man einige Spatelspitzen $Na_2S_2O_4$ zu, schüttelt gut um und versetzt mit soviel NaOH, bis die Lösung etwa 2 n daran ist. Es wird kurz aufgekocht, heiß abzentrifugiert und mit heißem alkalischem sulfithaltigem Wasser gewaschen. Wenn das Filtrat noch gefärbt ist, muß es in einem verschlossenen Reagensglas etwa 10 min im siedenden Wasserbad erwärmt werden. Alle Operationen sind möglichst in Quarzgeräten vorzunehmen, da sonst Aluminium in die Analyse gelangen kann. Der U, V und Cr enthaltende Niederschlag wird in Salzsäure gelöst und aufgetragen.

Chromgruppe:

Laufmittel: 33% Aceton — 43% tert. Butanol (verflüssigt) — 19% Salzsäure (D 1,125) — 5% Acetylaceton,
Papier: 2043a, vorher zu reinigen,

Laufzeit: 16 Std,

R_f-Werte: Cr: 0,30; V: 0,50; U: 0,80,

Nachweise: Oxin + NH_3 färben U gelbbraun und V grau. Ein neuer Streifen wird mit Na_2O_2 und Benzidin besprüht. Cr färbt blau.

Das Filtrat der Hydroxydfällung enthält Al und Be. Mit Salzsäure wird neutralisiert, die ausgeschiedenen Hydroxyde werden abzentrifugiert, mit Wasser gewaschen, in Salzsäure gelöst und aufgetragen.

Aluminiumgruppe:

Laufmittel: 85% Methyläthylketon — 15% Salzsäure (D 1,125),
Papier: 2043a, vorher zu reinigen,
Laufzeit: 6 Std,
R_f-Werte: Al: 0,30; Be: 0,55,

Nachweise: Oxin und NH_3 werden aufgesprüht. Al und Be fluorescieren unter UV-Licht gelbgrün.

Das Filtrat der Urotropinfällung wird ammoniakalisch gemacht und tropfenweise mit frisch bereitetem Ammoniumsulfid gefällt. Die Lösung wird kurze Zeit auf etwa 40° C erwärmt, der Niederschlag abzentrifugiert und mit ammoniakalischem ammoniumchloridhaltigem Wasser ausgewaschen. Anschließend löst man in einem Gemisch von Salzsäure + H_2O_2.

Zinkgruppe:

Laufmittel: 91% Methyläthylketon — 9% Salzsäure (D 1,125),
Papier: 2043a,
Laufzeit: 4 Std,
R_f-Werte: Zn: 0,85; Co: 0,60; Mn: 0,30; Ni: 0,05,

Nachweise: Dithizon/NH_3 färben Zn rot. Bei anschließendem Besprühen mit dem Mischreagens aus Alizarin, Rubeanwasserstoffsäure und Salicylaldoxim werden Co und Mn braun und Ni blau.

Das Filtrat der Ammoniumsulfidfällung wird mit Salzsäure versetzt und eingeengt. Zum wäßrigen Auszug gibt man Salpetersäure, dampft ein, zerstört Urotropin und raucht die Ammoniumsalze ab. Der Rückstand wird in Salzsäure aufgenommen und nochmal zur Trockne eingeengt. Der jetzt verbliebene Rückstand wird in Wasser aufgenommen. Aus der Lösung, die auf 0,5 ml eingedampft wird, fällt man die Erdalkalielemente mit je 3 Tropfen 3 m Ammoniumcarbonatlösung und Äthanol. Der Niederschlag wird mit heißem Wasser gewaschen und in verd. Salzsäure gelöst.

Erdalkaligruppe:

Laufmittel: 80% Methanol — 10% Salzsäure (D 1,125) — 10% Wasser,
Papier: 2043a, vorher zu reinigen,
Laufzeit: 3 Std,
R_f-Werte: Mg: 0,80; Ca: 0,55; Sr: 0,35; Ba: 0,20,

Nachweise: Oxin + NH_3 werden aufgesprüht und das noch feuchte Chromatogramm wird sofort unter die UV-Lampe gelegt. Mg und Ca fluorescieren gelbgrün. Nach dem Trocknen und Besprühen mit frisch gelöster Rhodizonsäure erscheinen Sr und Ba rot.

Das Filtrat der Ammoniumcarbonatfällung wird mit Salzsäure versetzt, eingedampft und die Ammoniumsalze werden abgeraucht. Den Rückstand nimmt man in verd. Salzsäure auf.

Alkaligruppe:
Laufmittel: 80% Methanol — 10% Salzsäure (D 1,125) — 10% Wasser,
Papier: 2043a, vorher zu reinigen,
Laufzeit: 3 Std,
R_f-Werte: Li: 0,80; Na: 0,40; K: 0,20,

Nachweise: Zinkuranylacetat wird im Überschuß aufgesprüht. Unter UV-Licht fluorescieren Li und Na blaugrün. Auf einem neuen Streifen wird K mit Na-Pb-Co-Hexanitrit gelbgrün. Die Farbe vertieft sich beim Erwärmen.

Das Analysenverfahren wurde an einer großen Anzahl von Salzgemischen erprobt. Es ließen sich stets einwandfreie Resultate erzielen. Auch in Fällen, in denen einzelne Komponenten im Überschuß vorlagen, arbeitete das Verfahren einwandfrei. Nur bei sehr ungleicher Zusammensetzung ist eine papierchromatographische Trennung nicht möglich.

Die Gruppenabscheidungen lassen sich gut durchführen, da an dieser Stelle noch ausreichende Substanzmengen vorliegen. Die auf dem Papier geführten Nachweise zeichnen sich gegenüber denen in der normalen Mikroanalyse durch eine erhöhte Empfindlichkeit aus. Während bei einer Analyse eine Zeitersparnis wegen der längeren Laufzeiten nicht erreicht wird, tritt bei serienmäßiger Ausführung neben der Ersparnis an Material und Arbeitskraft auch ein Zeitgewinn auf. Die Chromatogramme sind einige Zeit haltbar und dienen als Analysendokumente.

Die vorliegende Arbeit wurde im Anorganisch-Chemischen Institut der Technischen Universität Berlin durchgeführt. Dem Direktor des Institutes, Herrn Prof. Dr. G. Jander, danken wir für Diskussion des Themas und freundliche Unterstützung.

Literatur

[1] Beerstecher, jr., E.: Analyt. Chemistry **22**, 1200 (1950); vgl. diese Z. **136**, 288 (1952). — [2] Blasius, E.: Chromatographische Methoden in der analytischen und präparativen anorganischen Chemie unter besonderer Berücksichtigung der Ionenaustauscher. Enke-Verlag Stuttgart: im Druck. — [3] Burstall, F. H., G. R. Davies, R. P. Linstead u. R. A. Wells: J. chem. Soc. (London) **1950**, 516; vgl. diese Z. **137**, 36 (1952/53). — [4] Cramer, F.: Papierchromatographie, Verlag Chemie, Weinheim 1958. — [5] Giri, K. V., u. N. A. N. Rao: Nature (London) **169**, 923 (1952); vgl. diese Z. **141**, 133 (1954). — [6] James, C. F., u. P. Woodward: Analyst **80**, 825 (1955); vgl. diese Z. **151**, 428 (1956). — [7] Jander, G., u. H. Wendt: Lehrbuch der anal. und präp. Chemie. Verlag Hirzel, Stuttgart 1954. — [8] Lederer, E., u. M. Lederer: Chromatography, Elsevier Publishing Company, Amsterdam 1953. — [9] Pfeil, E., A. Friedrich u. T. Wachsmann: diese Z. **158**, 429 (1957). — [10] Pollard, F. H., u. J. F. W. McOmie: Chromatographic Methods of Inorganic Analysis. Butterworths Scientific Publications, London 1953. — [11] Sommer, G.: diese Z. **151**, 336 (1956). — [12] Surak, J. G., u. R. J. Martinovich: J. chem. Educat. **32**, 95 (1955); vgl. diese Z. **149**, 120 (1956). — [13] Suzuki, K.: J. chem. Soc. Japan (pure Chem. Sect.) **76** (2), 184 (1955).

Dr.-Ing. E. Blasius, Berlin-Charlottenburg 2, Hardenbergstr. 34 (Chemiegebäude)

Aus dem Institut für Chemie der Landwirtschaftlichen Universität Budapest

Bemerkungen zur Bestimmung von Jodat- und Perjodationen nebeneinander

Von

L. Szekeres, M. Rády und E. Kardos

(Eingegangen am 3. März 1958)

In unserer früheren Mitteilung[1] über die Bestimmung von Jodat- und Perjodationen nebeneinander haben wir vorgeschlagen, das Perjodat mit Kaliumbromid und Salzsäure zu Jodat und Brom umzusetzen und dann das störende Brom dadurch zu entfernen, daß man alkalisch macht und mit Äthanol erhitzt. Das Brom geht dabei über Hypobromit in Bromid über, neben dem das Jodat störungsfrei jodometrisch erfaßt werden kann. Wir haben nun in neuen Versuchen festgestellt, daß das Äthanol gleichwertig durch *Harnstoff* als Reduktionsmittel für das Hypobromit ersetzt werden kann: $CO(NH_2)_2 + 3\ OBr^- = CO_2 + 2\ H_2O + 3\ Br^- + N_2$. Jodat wird durch Harnstoff nicht angegriffen, der Harnstoffüberschuß stört die übliche jodometrische Jodatbestimmung nicht.

Tabelle

Vorgelegt										Verbrauchte 0,1 n $Na_2S_2O_3$-Lösung			
0,1 n KJO_4-Lösung	0,1 n KJO_3-Lösung	KBr	2 n Salzsäure	2 n Natronlauge *	$NaHCO_3$	0,2 n Harnstofflösung **	Wasser	20%ige Salzsäure	2%ige KJ-Lösung	gefunden			berechnet
ml	ml	g	ml	ml	g	ml	ml	ml	ml	ml			ml
5	—	0,5	2,5	2,5	1	5	70	5	5	3,80	3,75	3,75	3,75
5	5	0,5	5	5	2	10	40	10	10	8,80	8,75	8,70	8,75
5	10	1	7,5	7,5	3	15	20	15	15	13,75	13,75	13,70	13,75
5	20	1	12,5	12,5	5	25	—	25	25	23,70	23,70	23,75	23,75
20	5	1	12,5	12,5	5	25	—	25	25	20,00	19,90	20,00	20,00

Die Versuche wurden folgendermaßen durchgeführt: Man versetzte 10—25 ml der ungefähr 0,1 n zu untersuchenden Lösung mit 0,5—1 g Kaliumbromid und 5—12,5 ml 2 n Salzsäure, neutralisierte das Gemisch nach einer Wartezeit von einigen Minuten mit 2 n Natronlauge und fügte 2—5 g Natriumhydrogencarbonat zu. Das erhaltene natriumhypobromithaltige Gemisch wurde mit 10 bis 25 ml 0,2 n Harnstofflösung vermischt und einige Minuten lang auf einem Wasserbade erwärmt. Dann kühlte man das Gemisch ab, verdünnte gegebenenfalls mit Wasser, säuerte mit 10—25 ml 20%iger Salzsäure an, setzte Kaliumjodidlösung zu und titrierte mit einer Natriumthiosulfat-Maßlösung.

* Nach Zugabe der Salzsäure wurde das Gemisch 3—5 min stehen gelassen.

** Das Gemisch wurde mit Harnstoff auf dem Wasserbad 15 min erwärmt und dann abgekühlt.

In einem anderen aliquoten Teil bestimmte man die Summe der Jodat- und Perjodationen auf bekannte Weise jodometrisch. Die Berechnung erfolgte wie früher[1] angegeben.

Die Tabelle enthält die Ergebnisse unserer nach diesem Verfahren durchgeführten Versuche.

Zusammenfassung

Bei der früher beschriebenen Bestimmungsmethode von Jodat- und Perjodationen nebeneinander kann als Reduktionsmittel für Hypobromit das Äthanol gleichwertig durch Harnstoff ersetzt werden.

Literatur

[1] Szekeres, L., E. Kardos u. M. Rády: diese Z. **160**, 401 (1958).

Prof. Dr. L. Szekeres, Budapest VII, Peterdy u. 12
M. Rády, Budapest II, Nyul u. 16
E. Kardos, Budapest VIII, Népszinház u. 22

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

II. Analyse anorganischer Stoffe

Über die gleichzeitige komplexometrische Bestimmung von Kupfer und Quecksilber berichtet K. Ueno[1]. Die Lösung wird mit einem Überschuß an Dinatriumdihydrogenäthylendinitrilotetraacetatlösung (ÄDTA) versetzt und mit einer Kupfersulfatlösung zurücktitriert. Durch Zugabe von Kaliumjodid wird der Quecksilberkomplex zerstört. Das freigewordene ÄDTA, welches wieder mit $CuSO_4$-Lösung titriert wird, entspricht dem Quecksilbergehalt der Probe. Zn, Ni, Co, Erdalkalien, NO_3^- und $[Fe(CN)]^{4-}$ stören. — *Ausführung.* Die Lösung mit nicht mehr als $1 \cdot 10^{-4}$ g-Atomen Hg und Cu versetzt man mit 15 ml 0,01 m ÄDTA-Lösung, stellt mit 1 n Ammoniak etwa p_H 10 ein und titriert mit 0,01 m $CuSO_4$-Lösung gegen Murexid als Indicator bis zum Umschlag von Violett nach Gelb zurück. Dann gibt man je nach der Menge Quecksilber 1—15 ml 5%ige Kaliumjodidlösung hinzu und titriert nach einigen Minuten wieder mit der $CuSO_4$-Lösung.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1668—1669 (1957). Dojindo & Co., Ltd., Kumamotoshi (Japan). G. Denk

Nitronaphthylamine als Reagentien auf Quecksilber(II) und Cer(IV). Im Rahmen einer Untersuchung über die analytische Verwendung der Nitronaphthylamine beschreiben J. L. Garnett und L. C. Lock[1] neue Nachweise für Quecksilber(II)-ionen und Cer(IV)-ionen. Cer(IV) gibt mit allen untersuchten 13 Nitronaphthylaminen eine Farbreaktion; jedoch ist nur das 1,2-Isomere spezifisch für Cer(IV). Mit Quecksilber(II)-salzen reagiert das 4,1-Isomere unter Bildung einer roten Färbung bzw. Fällung. Dieser Nachweis wird allerdings durch Cer(IV)-ionen gestört, während 51 untersuchte Fremdionen keinen Einfluß zeigen. — *Ausführung.* Die neutrale bzw. schwach saure Probelösung wird auf Filtrierpapier aufgebracht, $^1/_2$—1 Std an der Luft getrocknet und dann mit einer 1%igen alkoholischen Lösung des Reagenses besprüht. Die Grenze der Empfindlichkeit liegt bei 5 μg Hg^{II}/0,02 ml bzw. 1 μg Ce^{IV}/0,02 ml. Beim Vorliegen von $HgNO_3$ erhält man einen roten Fleck bzw. eine

Fällung, während man mit $HgCl_2$ einen gelben Fleck bzw. Fällung erhält. Beim Nachweis von Ce^{IV} erhält man eine Blaufärbung. Die Natur der entstehenden Komplexverbindungen ist noch nicht eindeutig geklärt. Die Darstellung der Nitronaphthylamine erfolgt nach der von H. H. Hodgson und D. E. Hathway[2] gegebenen Vorschrift.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 351—355 (1957). Univ. Technol., Sydney (Australien). — [2] J. Soc. Dyers Colourists **63**, 231 (1947). H. Zimmer

Die chromatographische Trennung der Seltenen Erden mit Äthylendiamintetraessigsäure (= H_4Y) beschreibt G. Brunisholz[1]. Die Metalle werden als $[RY]^-$-Ionen (R = Seltene Erden) auf die Säule gebracht und mit einer Lösung von $(NH_4)_2MgY$ wieder eluiert. Als Austauscherharz dient Dowex 50 WX8 (200 bis 400 mesh), welches durch eine Lösung von 63 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ + 33 g $(NH_4)_2SO_4$ + 100 ml 1 n Essigsäure oder Ameisensäure im Liter mit Cu^{2+}- und NH_4^+-Ionen beladen wird. Die etwa 0,1 m Lösung von $NH_4[RY]$ wird aus R_2O_3 und Ammoniak dargestellt. Bei den Ytererden werden zu 100 ml dieser Lösung 10—20 ml 1 m Ameisensäure, bei den Ceriterden wird die gleiche Menge 1 m Essigsäure zugegeben. Tritt dabei eine Fällung auf, was bei Anwesenheit von viel Lanthan möglich ist, so wird mit einer Lösung aus 5 ml 1 n Ammoniumacetatlösung + 15 ml 1 n Essigsäure gepuffert. Wird die Lösung durch die Säule gegeben, so geht $(NH_4)_2CuY$ in Lösung; damit kann die Säule später wieder regeneriert werden. — Zur *Darstellung der Eluierlösung* werden 58,4 g H_4Y mit Ammoniak in $(NH_4)_2H_2Y$ (p_H 5—6) übergeführt und dann 16,9 g $MgCO_3$ zugegeben. Wenn alles gelöst ist, wird p_H 6,4 eingestellt und zum Liter verdünnt.

[1] Helv. chim. Acta **40**, 2004—2007 (1957). Univ. Lausanne. G. Denk

Den Einfluß von Schwefelsäure bei der Analyse geringer Mengen Germanium untersucht H. Nishida[1]. Beim Eindampfen von 10 μg bis 5 mg Ge enthaltenden 18 n schwefelsauren Lösungen und anschließendem 1stündigem Erhitzen bis zum Rauchen verbleibt beim Verdünnen der erkalteten Lösungen ein weißer, kristalliner Niederschlag, der sich in Wasser nur schwierig, leicht dagegen in Salzsäure oder Natronlauge lösen läßt. Anwesenheit von Silicium bedingt eine unlösliche Mitfällung und bei Germaniumgehalten von 10—50 μg zu niedrige Werte. Die Mitfällung von Germanium bei Gegenwart von Silicium (1 mg Ge und 68 mg SiO_2) wird bei verschiedenen Schwefelsäurekonzentrationen untersucht. Bei einer 0,002 n schwefelsauren Lösung ist nach einmonatigem Stehen die gesamte Kieselsäure, jedoch kein Germanium ausgefällt, während in dem gleichen Zeitraum aus 7,2 und 21 n schwefelsaurer Lösung 7,4 bzw. 67% Germanium mitgefällt werden. — Engt man eine schwach alkalische Germaniumlösung bis zur Trockne ein und erhitzt den Rückstand mit Schwefelsäure, so ist der sich bildende amorphe weiße Niederschlag bei Germaniummengen > 2 mg leicht in Wasser löslich.

[1] Jap. Analyst **6**, 654—658 (1957). [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.). Ind. Training Inst., Iwate Pref. (Japan). H. Garschagen

Thorium. *Eine Übersicht über moderne Bestimmungsverfahren kleiner Mengen Thorium* (< 1 mg) gibt A. K. De[1]. Für die *colorimetrische Analyse* werden als Reagentien und Methoden empfohlen: 1. Eine alkalische Lösung von p-Dimethylaminoazophenylarsinsäure ist geeignet für 0,5—500 μg. Die Messung der Extinktion erfolgt bei 460 mμ. Zr und größere Mengen U stören. — 2. 1-(o-Arsenphenylazo)-2-naphthol-3,6-disulfonsäure; Der p_H-Wert der Lösung soll 0,3—1 betragen. Man mißt bei 545 mμ. Die Reaktion wird durch Zr und U^{IV} gestört, aber nicht durch U^{VI}. Fe^{III} wird durch Hydroxylamin reduziert. — 3. Fällung als Thorium-m-nitrobenzoat, welches reduziert, diazotiert und mit β-Naphthol zu einem orangefarbenen Farbstoff

gekuppelt wird. — 4. Fällung als Thoriumjodat, welches mit unterphosphoriger Säure reduziert werden kann. Das dabei frei werdende Jod wird mit CCl_4 ausgeschüttelt. Die Extinktionsmessung wird bei 520 mμ durchgeführt. — 5. Naphthazarin; die Extinktionsmessung erfolgt bei 570 und 618 mμ. — 6. 2-(o-Arsenphenylazo)-chromotropsäure. F^-, PO_4^{3-}, SO_4^{2-} und $C_2O_4^{2-}$ stören. — Für die *nephelometrische Bestimmung* eignet sich das Thoriumjodat. — Schließlich kann Th durch die *Aktivierungsanalyse* erfaßt werden. Bei Bestrahlung im Reaktor entsteht das β-aktive ^{233}Th. Nach Zugabe von natürlichem Thorium als Sammler wird zweimal als Oxalat gefällt, in Nitrat übergeführt, auf einer Al_2O_3-Cellulosesäule chromatographiert, dann $ThO_2 \cdot aq$ gefällt und die Radioaktivität gemessen. — Für die *Abtrennung des Thoriums* eignen sich am besten Butyllactat, Cyclopropylmethylketon und Mesityloxyd, wobei aber auch U, Zr, zum Teil auch Y und V gelöst werden. Ferner können mit Dibutoxytetraäthylenglykol die Seltenen Erden extrahiert werden. Der Rest Thorium wird dann in Oxin-Chloroform-Mischung gelöst.

[1] Sci. and Cult. **22**, 537—539 (1957). Jadavpur Univ., Calcutta. G. Denk

Zur spektralphotometrischen Bestimmung von Thorium empfehlen O. Menis, D. L. Manning und G. Goldstein[1] die Reaktion mit *Quercetin*. Das Absorptionsmaximum des Komplexes (der Quercetin und Thorium im Molverhältnis 2:1 enthält), liegt bei 422 mμ. Die Absorption ist im p_H-Bereich von 2,7—3,5 konstant. Das Beersche Gesetz ist im Bereich von 10—150 μg Thorium in 25 ml erfüllt. — *Ausführung*. Die zu untersuchende Lösung, die 10—150 μg Thorium in 15 ml enthalten soll, stellt man durch Zugabe von 10%iger Natriumcarbonatlösung auf p_H 2,8—3,0 ein und verdünnt nach Zugabe von 4 ml Äthanol und 2 ml Quercetinlösung (0,1%ig in Äthanol) mit Wasser auf 25 ml. Nach 15 min mißt man die Absorption gegen einen Blindansatz der Reagentien bei 422 mμ. — Bei Gegenwart von *Phosphat* verfährt man folgendermaßen: Eine mit Dowex 50-A2 gefüllte Säule (3×1 cm) behandelt man mit 100 ml 10 m Salzsäure und anschließend mit 100 ml 0,1 m Salzsäure und gibt dann die Probelösung (25 ml, p_H 1) auf. Die Durchlaufgeschwindigkeit soll 0,5—1 ml/min betragen. Die Säule wäscht man mit 50 ml 0,1 m Salzsäure phosphatfrei und eluiert anschließend das Thorium mit 35 ml 10 m Salzsäure. Sind sonst keine störenden Ionen vorhanden, versetzt man mit 3 ml Perchlorsäure, dampft bis auf 0,5 ml ein, kühlt ab, fügt 15 ml Wasser zu und verfährt weiter wie oben. — *Zur Entfernung anderer störender Ionen* behandelt man eine Austauschersäule von Dowex 2 X 10 (10×1 cm) nacheinander mit Wasser, 50 ml 0,1 m Salzsäure und 50 ml 10 m Salzsäure. Das Volumen der Probe bringt man mit 10 m Salzsäure auf 25—35 ml, versetzt bei Anwesenheit von *Vanadium* mit 1 mg Chrom(VI), gibt die Lösung auf die Säule und eluiert das Thorium anschließend mit 35 ml 10 m Salzsäure (hierbei bleiben V, Fe, U, Zr, Co und Sn auf der Säule zurück). Die vereinigten Lösungen versetzt man mit 3 ml Perchlorsäure, erhitzt bis zum Auftreten von $HClO_4$-Dämpfen und engt bis auf 1 ml ein. Anschließend verdünnt man mit Wasser auf 20 ml, stellt den p_H-Wert mit 10%iger Natriumacetatlösung auf 2,0 ein und gibt (wenn *Titan* vorhanden ist) 5 mg Tiron zu. Dann extrahiert man zweimal mit je 10 ml Thenoyltrifluoraceton (0,5 m in CCl_4) 2 min lang, vereinigt die organischen Phasen (Al, Ni und Cr^{III} bleiben in der wäßrigen Phase zurück) und extrahiert diese zweimal mit 10 ml 6 m Salzsäure jeweils 2 min. Die Salzsäure, die das gesamte Thorium enthält (*Titan* verbleibt in der organischen Phase), wäscht man mit 10 ml Tetrachlorkohlenstoff, versetzt mit 3 ml Perchlorsäure, dampft auf etwa 0,5 ml ein, kühlt ab, verdünnt mit 15 ml Wasser und verfährt nach der oben angegebenen Arbeitsvorschrift weiter. — Bei Anwesenheit von weniger als 4 μg Ni, 0,08 μg Fe^{II}, 0,04 μg Fe^{III}, 0,06 μg Cr^{VI}, 3,2 μg Cr^{III}, 0,12 μg U^{VI} und 0,04 μg Al je μg Thorium, kann direkt nach der für Th gegebenen

Vorschrift verfahren werden. Störungen durch Cr^{VI} oder Fe^{III} können durch Reduktion zu Cr^{III} bzw. Fe^{II} verringert werden. Sulfat, Acetat, Phosphat, Fluorid und Nitrat dürfen nicht zugegen sein.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1426—1430 (1957). Nat. Lab., Oak Ridge, Tenn. (USA).
H. Zimmer

Eine Abwandlung der Molybdänblau-Methode zur Bestimmung geringer Phosphormengen beschreiben T. Sudo, T. Hamakawa und M. Kubota[1]. Zur Reduktion des gebildeten Phosphormolybdates wird Hydrochinon empfohlen, ohne das meist kombiniert damit angewandte Natriumsulfit, das oft geringe Phosphatverunreinigungen enthält, die zu Fehlresultaten führen. Hydrochinon ergibt nach dieser Methode in schwefelsaurer Lösung beim Erwärmen auf 50—60° C (10 bis 20 min) mit der zu untersuchenden Phosphormolybdatlösung eine beständige Molybdänblaufärbung. 1 ppm Phosphor läßt sich mit einem relativen Fehler von $\pm 0{,}5\%$ bestimmen.

[1] Jap. Analyst **6**, 564—568 (1957) [Japanisch] (Nach engl. Zus.fass. ref.). Kurosaki Factory, Mitsubishi Chem. Ind. Ltd. (Japan). H. Zimmer

Zur colorimetrischen Bestimmung von Vanadium benutzt H. Compaan[1] die mehrfach beschriebenen Reaktionen von Vanadium mit *substituierten Hydroxamsäuren*, die zu intensiv gefärbten Produkten führen. Störende Ionen wie Eisen, Titan und Uran kann man durch Fällung mit Natriumhydroxyd oder durch elektrolytische Abscheidung an einer Quecksilberkathode entfernen. Vorteilhafter ist die Trennung durch Extraktion. Die Untersuchungen ergaben nämlich, daß die Komplexe von Vanadium mit Hydroxamsäuren, z. B. mit *Salicylhydroxamsäure* sich quantitativ mit Di-isobutylketon extrahieren lassen. Wird die Extraktion in saurer Lösung vorgenommen, so verbleiben Fe, Ti und U in der wäßrigen Phase, so daß auf diese Weise die quantitative Bestimmung von Vanadium neben den genannten Elementen möglich ist. Das Verfahren soll bei der Vanadiumbestimmung im Stahl Anwendung finden, worüber eine weitere Mitteilung in Aussicht gestellt wird.

[1] Nature (London) **180**, 980 (1957). Analyt. Res. Inst., T. N. O., Rijswijk (Holland). H. Zimmer

Zur halbquantitativen Bestimmung von Dithionit empfehlen T. P. Whaley und J. A. Gyan[1] eine Indicatormethode, bei der die Zeit bis zur vollständigen Farbumkehr von Naphtholgelb S gemessen wird. Naphtholgelb S (Na-Salz der 2,4-Dinitro-1-naphthol-7-sulfonsäure) schlägt in ammoniakalischer Lösung nach Zugabe von Dithionit sofort von Gelb nach Rot um, nach einiger Zeit kann jedoch eine Farbumkehr beobachtet werden. Die Umkehrgeschwindigkeit ist der Dithionitkonzentration direkt proportional. — *Arbeitsweise.* Zum Aufstellen der Eichkurve werden synthetische Gemische aus wasserfreiem Natriumdithionit und wasserfreiem Natriumsulfit hergestellt. Jeweils 1 g dieser Gemische mit einem $Na_2S_2O_4$-Gehalt von 0, 20, 30, 40 . . . 100% werden in 25 ml dest. Wasser gelöst und mit 25 ml Indicatorlösung versetzt (eine Lösung von 0,8 g Naphtholgelb S und 10 ml konz. Ammoniak in 1000 ml dest. Wasser). Man mißt die Zeit (Stoppuhr), die bis zur vollständigen Farbumkehr erforderlich ist. Probelösungen werden in gleicher Weise analysiert. An Hand der Eichkurve wird ausgewertet.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1499 (1957). Ethyl Corp., Detroit, Mich. (USA).
K. Machner

Zur volumetrischen Bestimmung von Peroxydisulfat lassen Y. K. Gupta und S. Ghosh[1] die Probelösung in eine eingestellte, 80° C warme Lösung von arseniger Säure oder Arsenit, die einen Überschuß an Kaliumjodid enthält, einfließen. Das

durch Peroxydisulfat freigemachte Jod oxydiert die arsenige Säure; erst wenn kein As^{III} mehr vorhanden ist, tritt Gelbfärbung durch ausgeschiedenes Jod auf, wodurch der Endpunkt angezeigt wird. Die Lösung wird durch $NaHCO_3$ gepuffert. Die Fehler betragen etwa $\pm 0{,}2\%$. Mit sehr verdünnten Lösungen (10^{-3} m) ist der Endpunkt nicht mehr scharf. — *Ausführung.* 5 ml 0,2—0,01 n Natriumarsenit- oder Arsenigsäurelösung versetzt man mit 10 ml 50%iger KJ-Lösung, erwärmt auf etwa 80° C, gibt 2 g $NaHCO_3$ hinzu und läßt die Probelösung unter kräftigem Umschütteln zutropfen, bis sich die Lösung gelb färbt. — Stärke kann nicht als Indicator verwendet werden, da heiß titriert wird.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 379—382 (1957). Univ. Allahabad (Indien). G. Denk

Die IR-Absorptionsspektren der Heteropolysäuren von Wolfram und Molybdän sind nach N. E. Sharpless und J. S. Munday[1] auffallend einfach und untereinander nur wenig verschieden. Gemessen werden in KBr-Preßlingen von 1200 bis 625 cm^{-1} die Spektren der *Ammoniumsalze der Wolframatokieselsäure, -phosphorsäure, -arsensäure, -borsäure,* der *Molybdatokieselsäure, -phosphorsäure, -arsensäure, -mangansäure* und *-titansäure,* ferner der *freien Wolframatokieselsäure, -phosphorsäure* und *-borsäure* und der *freien Molybdatokieselsäure.* Mit Ausnahme der Wolframatoborsäure haben alle untersuchten Verbindungen fünf Absorptionsmaxima; allerdings ist die Bandenstruktur beim Ammoniummolybdatomanganat nicht so ausgeprägt und nach kleineren Wellenzahlen verschoben. Nach Ansicht der Verff. ist eine Deutung der einzelnen Spektren heute noch sehr schwierig und zum Teil rein spekulativ. Analytisch auswertbar sind die Ergebnisse nicht. Die Arbeit enthält eine Tabelle mit Angaben der Maxima und der zugehörigen integrierten scheinbaren Molarextinktionen der 13 untersuchten Verbindungen und die Absorptionsspektren von 9 Substanzen von 1300 bis 625 cm^{-1}. Verff. benutzen ein Perkin-Elmer-Spektrometer Modell 12 A.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1619—1622 (1957). U.S. Dep. Health, Educat., Welfare, Bethesda, Md. (USA). H. Specker

Einen empfindlichen Fluornachweis haben H. Ballczo und H. Weisz[1] mit Hilfe der bereits früher beschriebenen Ringofentechnik[2] durchgeführt. Versetzt man einen auf Filterpapier aufgebrachten trockenen Farbfleck von Aluminium-Chromazurol S mit der fluorhaltigen Probelösung, so kann der durch das Fluorion freigesetzte Farbstoff ausgewaschen werden und man erhält einen scharfen rosaroten Ring. Andere Komplexbildner sowie Phosphate stören die Ausbleichreaktion. — *Ausführung.* Der schwach alkalische Probetropfen wird in eine selbstfüllende Capillarpipette mit 1—2 μl Inhalt aufgenommen, 3 sec über Eisessigdampf geräuchert, indem man die Capillare in die Öffnung der Reagensflasche hält, und anschließend in die Mitte eines auf Filterpapier vorbereiteten blauen Aluminium-Chromazurol S-Fleckes [siehe unten] aufgetragen. Man läßt die Probelösung auf den Farblack einwirken, beseitigt das Wasser durch Trocknen bei 60—70° C, legt das Filter auf den Ringofen auf und wäscht den freigesetzten Farbstoff durch kontinuierliche Extraktion (5—10 min) mit absolutem Äthylalkohol in die Ringzone (bei Verwendung von 96%igem Alkohol muß eine Blindprobe ausgeführt werden). Je nach der Fluormenge wird ein mehr oder weniger intensiv rosarot gefärbter Ring erhalten. Kleine Mengen des freigesetzten Farbstoffes sind oft nur schwer zu erkennen. Besprüht man jedoch die erhaltene Ringzone nach dem Trocknen mit saurer Aluminiumchloridlösung, räuchert kurz über Ammoniak und trocknet erneut bei 60 bis 70° C, so entsteht ein deutlich sichtbarer blauer Ring von Aluminium-Chromazurol S. Die Erfassungsgrenze der Reaktion ist mit 0,005 μg Fluor angegeben. Da die Färbung der Ringe der Fluorionenkonzentration proportional ist, kann die

Methode auch zur semiquantitativen Fluorbestimmung herangezogen werden. — Zur Herstellung der Reagenspapiere wird eine Aluminium-Chromazurol S-Lösung (25 μg Al/ml) auf Rundfilter (Schl. & Sch., Schwarzband, ⌀ 5,5 cm) derart aufgetragen, daß Flecken von etwa 10 mm Durchmesser entstehen. Die so imprägnierten Papiere werden bei 60—70° C getrocknet. Die *Farblacklösung* wird wie folgt angesetzt: 6 ml einer sauren Chromazurol S-Lösung (0,15 g Chromazurol S in 5 ml 0,1 n Salzsäure gelöst und mit Wasser auf 50 ml verdünnt) werden im Scheidetrichter mit 1 ml 0,0166 m Aluminiumchloridlösung ($p_H \sim 3$) und 2 ml Pufferlösung versetzt (man löst 32 g Ammoniumchlorid in 200 ml Wasser, versetzt mit 40 ml Essigsäure und 10 ml konz. Ammoniak, kühlt ab, stellt durch weitere Zugabe von Ammoniak auf $p_H \sim 4{,}3$ ein und verdünnt mit Wasser auf 300 ml) und mit Äther ausgeschüttelt. Am nächsten Tag wird die Lösung von der stark emulgierten Ätherschicht abgetrennt und mit dem gleichen Volumen einer 20%igen Natriumnitritlösung versetzt.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 751—754. Univ. und Techn. Hochsch. Wien. — [2] Weisz, H.: Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 667; vgl. diese Z. **155**, 43 (1957).

K. Machner

Die Bestimmung kleiner Chloratmengen in Gegenwart hoher Perchloratkonzentrationen führen G. F. Smith und A. J. Veraguth[1] maßanalytisch durch. Das Chlorat wird in saurer Lösung bei Gegenwart von Osmiumsäure als Katalysator mit Eisen(II)-sulfatlösung oder arseniger Säure reduziert und deren Überschuß dann mit eingestellter Cer(IV)-sulfatlösung unter Verwendung von Ferroin als Indicator zurückgemessen. — *Arbeitsweise.* 50 ml der Probelösung mit etwa 100—200 mg Chlorat und der entsprechend größeren Perchloratmenge werden in einem 400 ml-Becher mit Schwefelsäure angesäuert [bei Verwendung von Eisen(II)-sulfat als Reduktionsmittel soll die Lösung 3 m schwefelsauer sein, bei Verwendung von arseniger Säure nur 1 m]. Man gibt 0,1 ml Katalysatorlösung zu (eine 0,01 m Lösung von Osmiumsäure in 0,1 n Schwefelsäure), versetzt mit einem Überschuß an Reduktionslösung [50,00 ml etwa 0,25 n arsenige Säure oder schwefelsaure Eisen(II)-sulfatlösung], mischt gut durch, läßt das Reaktionsgemisch 15 min stehen, fügt dann 1 Tropfen 0,025 n Ferroinlösung hinzu und titriert das überschüssige Reduktionsmittel unter ständigem Rühren mit ~ 0,1 n Cer(IV)-sulfatlösung. (Die Maßlösung wird gegen arsenige Säure bei Gegenwart von Osmiumsäure als Katalysator eingestellt; die Titration wird in schwefelsaurer Lösung durchgeführt.) Der Titrationsendpunkt wird durch einen Farbumschlag von Rot nach Blaßblau angezeigt. Das beschriebene Verfahren eignet sich besonders zur Analyse von Elektrolytlösungen (zur Kontrolle der Ausbeute bei der Herstellung von Perchlorat durch elektrolytische Oxydation von Chlorat). Nach den mitgeteilten Analysenzahlen beträgt der Fehler der Methode im Durchschnitt —0,12% bei der Reduktion mit arseniger Säure und ±0,01% bei der Reduktion mit Eisen(II)-sulfat.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 386—389 (1957). Univ. Urbana, Ill. (USA).

K. Machner

Eisen. *Eine UV-spektralphotometrische Bestimmungsmethode von Eisen(III)* kann nach M. Ishibashi, T. Shigematsu, Y. Yamamoto, M. Tabushi und T. Kitagawa[1] auf die Bildung des Chlorokomplexes $[FeCl_4]^-$ in stark salzsaurer Lösung gegründet werden. Bis zu 60 ppm Fe gilt das Beersche Gesetz. Die Fehler betragen etwa 0,4%. Von den untersuchten Kationen stören Na, K, NH_4, Co^{II}, Zn, Mn^{II} und Al bis zu einer Konzentration von 200 ppm nicht, wohl aber beeinflussen Cu, Ti, Bi und V die Absorption; die höchstzulässige Konzentration für Cu und Ti beträgt 2 ppm. — *Ausführung.* 150—200 mg der Eisenlegierung löst man unter Erwärmen in 4 m Perchlorsäure, gibt nach dem Abkühlen einige Tropfen Perhydrol

hinzu, dampft nahe zur Trockne ein, wiederholt die Operation einige Male und löst schließlich den Rückstand in Wasser. Man verdünnt auf 500 ml, pipettiert 20 ml davon in einen 100 ml-Meßkolben, fügt 50 ml 6 m Salzsäure hinzu und füllt zur Marke auf. Die Absorptionsmessung wird mit einem Beckman DU Quarzspektrophotometer in einer 1 cm-Zelle bei 340 mμ gegen eine Vergleichslösung mit 40 ppm Fe durchgeführt.

[1] Bull. chem. Soc. Japan **30**, 433—437 (1957). Univ. Kyoto (Japan). G. Denk

Die UV-spektralphotometrische Bestimmung von Eisen(III)-ionen mit Äthylendiamintetraessigsäure (ÄDTE) wird von Y. Uzumasa, M. Nishimura und T. Seo[1] ausführlich beschrieben. Der Eisen-ÄDTE-Komplex besitzt bei 260 mμ ein ausgeprägtes Maximum ($\varepsilon \cong 8600$ [$l \cdot Mol^{-1} \cdot cm^{-1}$]), das zur Bestimmung herangezogen wird[2]. Im p_H-Bereich 1—4 ist die Extinktion konstant, das Beersche Gesetz ist von 0 bis 17 ppm erfüllt. Das Molverhältnis ÄDTE zu Eisen muß mindestens 1,5 betragen, höhere Überschüsse von ÄDTE verändern die Absorption nicht. Die Lösung kann salz-, schwefel-, essig- oder perchlorsauer sein; Nitrationen dürfen wegen der starken Eigenabsorption nur bis 0,01 m vorhanden sein. Fluoride, Borate, Citrate und Tartrate stören bei 30-, 70-, 90- bzw. 100fachem Überschuß nicht, Oxalate erhöhen die Extinktion erheblich. Von den untersuchten Kationen sind Zink, Mangan, Nickel, Kobalt, Cadmium, Aluminium, Germanium, Zinn, die Alkalien und die Erdalkalien bei nicht zu großem Überschuß ohne Einfluß; Kupfer, Quecksilber und Titan dürfen nicht vorhanden sein. Zur *Ausführung* der Bestimmung gibt man die Probenlösung (0—17 ppm Fe) in einen Meßkolben, fügt soviel Salzsäure und ÄDTE (Natriumsalz) hinzu, daß die Endlösung etwa 0,1 m an Salzsäure und 0,001 m an ÄDTE ist. Die Extinktion wird in 1 cm-Küvetten gegen reines Wasser bei 260 mμ gemessen (Spektralphotometer Beckman DU). Wegen der Lichtempfindlichkeit des Komplexes ist es notwendig, die Lösung im Dunkeln aufzubewahren. Meßergebnisse über die Genauigkeit (Standardabweichung) des Verfahrens sind nicht angeführt. Die Nachweisempfindlichkeit der Methode wird von den Verff. zu 0,0065 μg/cm² angegeben[3].

[1] Bull. chem. Soc. Japan **30**, 438—442 (1957). Hokkaido Univ., Sapporo (Japan). — [2] Vgl. dazu D. G. Hill-Cottingham: Analyst **80**, 906 (1955); vgl. diese Z. **153**, 222 (1956). — [3] Über die Empfindlichkeitsangabe in μg/cm² vgl. Sandell, E. B.: Colorimetric Determination of Traces of Metals, 2. Aufl., S. 364. Interscience Publ., New York 1950. H. Specker

K. Motojima und H. Hashitani[1] beschreiben *ein spektralphotometrisches Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung von Mikromengen Eisen und Aluminium. — Ausführung.* Die zu untersuchende angesäuerte Probelösung, deren Volumen nicht zu klein zu bemessen ist, wird mit Oxinlösung versetzt und mit Ammoniumacetatlösung auf einen p_H-Wert von 5,2—5,5 eingestellt. Die Lösung wird auf ein bestimmtes Volumen (200—400 ml) gebracht, und mit 10,0 ml Chloroform extrahiert. In der Chloroformphase wird die Absorption des Fe-Oxinates bei 470 mμ und die des Al-Oxinates bei 390 mμ gemessen. Der Fe- bzw. Al-Gehalt wird einer Eichkurve entnommen, die mit dem Endvolumen der wäßrigen Phase aufgestellt worden ist. Nach diesem Verfahren kann man noch 5 μg Fe und 5 μg Al in 400 ml Lösung bestimmen. Störungen durch Fluoridionen können durch Zugabe von 3 mg Be^{II}-Salz eliminiert werden. Analysenbeispiele zeigen die Brauchbarkeit des Verfahrens.

[1] Jap. Analyst **6**, 642—646 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Atomic Energy Res. Inst., Tokyo (Japan). H. Zimmer

Eine neue spektrophotometrische Methode der Rutheniumbestimmung mit 1,10-Phenanthrolin haben Ch. V. Banks und J. W. O'Laughlin[1] ausgearbeitet.

Ru^{III} oder Ru^{IV} werden in Gegenwart eines Reduktionsmittels in den intensiv gefärbten Tri-(1,10-phenanthrolin)-ruthenium(II)-komplex übergeführt, der bei 448 mμ gemessen wird. 0,1 ppm Ru kann noch quantitativ erfaßt werden. — *Ausführung.* Zunächst wird das Ruthenium aus der zu untersuchenden Lösung (10 bis 150 μg Ru) in einer einfachen Destillationsapparatur mit einem Gemisch von 10 ml konz. Schwefel- und 1 ml Perchlorsäure als Rutheniumtetroxyd von den Begleitelementen abdestilliert. Das Destillat wird in einer Vorlage mit 30 ml 0,2 m Salzsäure unter Zusatz von 4 ml 5%iger Hydroxylammoniumchloridlösung aufgefangen. Der Schliff am Destillationskolben wird mit Perchlorsäure, der der Vorlage mit Wasser abgedichtet. Die Destillation ist beendet, wenn Perchlorsäuredämpfe im Hals des Destillierkolbens hochsteigen. Während der Destillation wird ein schwacher getrockneter Luftstrom durch die Apparatur geleitet. Nach der Destillation ist das Kühlrohr mit 0,2 m Salzsäure abzuspülen und die gesamte Lösung auf 20—30 ml einzudampfen. Jetzt fügt man 15 ml 0,01 m wäßrige 1,10-Phenanthrolin-, 5 ml 5%ige Hydroxylammoniumchlorid- und 10 ml 20%ige Natriumchloridlösung zu und stellt den p_H-Wert mit 5 m Natronlauge oder Salzsäure auf 6,0 ein. Anschließend wird in einen 100 ml-Meßkolben übergespült und auf 90—95 ml Volumen gebracht, dann der Kolben mit der Lösung 2 Std bei konstant 100° C erhitzt. Nach dem Abkühlen auf 20° C und Auffüllen bis zur Marke wird bei 448 mμ gegen einen Reagentienblindansatz gemessen. Der Farbkomplex ist 50 Std konstant. Die Einmeßkurve wird mit Ruthenium-Testlösung unter den gleichen Bedingungen (mit Destillation!) aufgestellt. Der mittlere Analysenfehler beträgt etwa 1%. Die Nachweisgrenze der Methode liegt bei etwa 0,02 μg Ru/ml.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1412—1417 (1957). Iowa State College, Ames, Iowa (USA). H. Pohl

Für die spektrophotometrische Bestimmung von Spuren Osmium liegen nach E. L. Steele und J. H. Yoe[1] in den *Naphthylaminsulfonsäuren* geeignete Reagentien vor. Die Empfindlichkeit beträgt etwa 1:20000000. Das Beersche Gesetz gilt von 0,1—6 ppm Osmium. Ru^{III}, Rh^{III}, Pd^{II}, Ir^{IV}, Pt^{IV}, Al^{III}, Cr^{III}, V^{IV}, Fe^{III}, Fe^{II}, Co, Ni, Cu, Zn, Pb, Mn^{II}, Mg und Ag stören, wenn sie in einem Verhältnis über 1:1 vorliegen. Os wird dann durch Destillation als Tetroxyd abgetrennt. Eine geeignete Apparatur dafür wird angegeben. Die Extinktionsmessung erfolgt mit einem Beckman DU-Spektrophotometer bei 560 mμ und einer Spaltbreite von 0,04 mm. Die Zeit zur Entwicklung der Farbe ist bei den einzelnen Säuren sehr verschieden. Sie beträgt z. B. bei der 1-Naphthylamin-4,6,8-trisulfonsäure bei 35° C und p_H 2,5—3 1 Std, bei der 2-Naphthylamin-3,6,8-trisulfonsäure dagegen unter den gleichen Bedingungen 24 Std. — Zur Reinigung werden die Reagentien in möglichst wenig warmem Wasser gelöst und mit Isopropylalkohol wieder ausgefällt.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1622—1624 (1957). Univ. Charlottesville, Va. (USA). G. Denk

---

III. Analyse organischer Stoffe

2. Qualitative und quantitative Analyse

Beiträge zum Nachweis organischer Verbindungen liefert L. Rosenthaler[1]. Verf. berichtet über Farbreaktionen mit *Äthern (Äthyläther* und *Isopropyläther)*, über das *Verhalten organischer Stoffe zu Wasserstoffperoxyd-Schwefelsäure*, über das *Verhalten von Resorcin, Orcin und Phloroglucin zu seleniger Säure*, über *Farbreaktionen von Ketonen mit Äthylurethan*, über *Farbreaktionen von Phenolen mit Hydroxymethylfurfurol*, über die *Farbreaktion von Terpineol, Terpinhydrat, Geraniol,*

Methylheptenon und Benzylaceton mit Furfurol, über den *Nachweis von Campher* in seiner verdünnten äthanolischen Lösung sowie über eine *Farbreaktion höherer Alkohole mit Formalin-Schwefelsäure*.

[1] Pharmac. Acta Helvetiae **32**, 433—441 (1957). Bern (Schweiz). K. MACHNER

Zur Submikrobestimmung von Alkoxylgruppen in organischen Verbindungen modifizieren R. BELCHER, M. K. BHATTY und T. S. WEST[1] die bewährte Zeisel-Methode in der Form von F. VIEBÖCK und C. BRECHER[2]. Die Verff. benutzen eine stark verkleinerte Apparatur (Abb. 1). — *Ausführung*. Man beschickt das Absorptionsgefäß mit 1 ml 10%iger Natriumacetatlösung in Eisessig und 4 Tropfen jodfreiem Brom und den Wäscher mit 8 ml frisch bereiteter, 10%iger wäßriger Natriumantimonyltartratlösung. Das seitliche Rohr des Wäschers wird danach verschlossen. Die Probe wird in ein Platinschiffchen eingewogen und mit diesem zusammen durch den seitlichen Ansatz in den Reaktionskolben gegeben. Dann fügt man noch ein Platintetraeder, 0,25 g Phenol und 0,5 ml Jodwasserstoffsäure hinzu und setzt das Einleitungsrohr auf. Zum Dichten der Schliffe benutzt man am seitlichen Ansatz Jodwasserstoffsäure, an der Verbindung zum Absorptionsgefäß Siliconfett. Als Trägergas wird Stickstoff verwendet, der mit einer Geschwindigkeit von 1 Blase/sec durchgeleitet wird. Man bringt in 30 min zum Sieden und erhitzt 60 min (unter 40% Alkoxyl) oder 90 min (über 40% Alkoxyl) auf 220° C. —

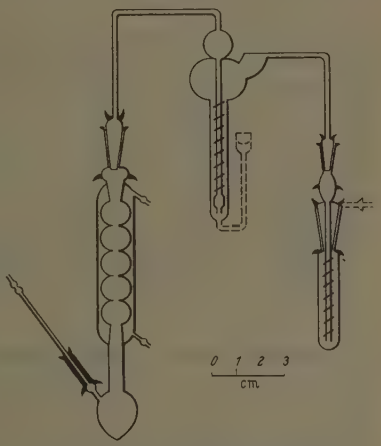

Abb. 1. Apparat zur Bestimmung von Alkoxylgruppen nach BELCHER und Mitarb.

Zur Titration wird der Inhalt des Absorptionsgefäßes unter 4maligem Nachwaschen mit 1 ml Wasser quantitativ in den Titrierbecher übergeführt. Man rührt magnetisch, fügt 0,5 ml 25%ige, wäßrige Natriumacetatlösung und etwa 5 Tropfen 90%ige Ameisensäure und nach 10 min 5 Tropfen 1 n Schwefelsäure und 3 Tropfen frisch bereitete, 10%ige KJ-Lösung hinzu und titriert das Jod mit 0,01 n Natriumthiosulfatlösung. Kurz vor dem Endpunkt gibt man wenig Thyoden-Indicator hinzu und titriert auf Blau. 1 μl 0,01 n $Na_2S_2O_3$ = 0,05172 μg Methoxyl = 0,0751 μg Äthoxyl. — Bei sorgfältiger Durchführung unter Benutzung reinster Reagentien liegt der Blindwertverbrauch nicht über 10 μl 0,01 n Natriumthiosulfatlösung. Die Genauigkeit liegt bei Einwaagen von 45—60 μg innerhalb $\pm$ 0,3%.

[1] J. chem. Soc. (London) **1957**, 4480—4482. Univ. Birmingham (England). — [2] Ber. dtsch. chem. Ges. **63**, 3207 (1930); vgl. diese Z. **88**, 137 (1932).

MARGOT ZIMMERMANN

Zur Bestimmung der Thionylgruppe in organischen Verbindungen geben C. HENNART und E. MERLIN[1] folgende *Arbeitsvorschrift*. Man versetzt die Einwaage mit 25 ml 2 m Kalilauge und kocht 1 Std am Rückflußkühler, wobei Verseifung zum Sulfit erfolgt. Nach dem Erkaltenlassen fügt man 20—25 ml Wasser zu, setzt mit

100 ml 20%iger Phosphorsäure das SO_2 frei und destilliert es langsam in zwei hintereinandergeschaltete Vorlagen von je 100 ml. Die Vorlagen enthalten 40 bzw. 10 ml etwa 0,1 n Jodlösung, und werden mit Wasser bis zur Hälfte aufgefüllt. Bei zu langsamer Destillation steigt die Jodlösung in den Kühler hoch. Man ermittelt den Verbrauch an 0,1 n Thiosulfatlösung für 50 ml der annähernd 0,1 n Jodlösung und zieht hiervon die beim Zurücktitrieren der Vorlagen verbrauchten Milliliter Thiosulfatlösung ab. — Die Arbeit enthält die Beschreibung einer Spezialapparatur sowie Formeln für die vereinfachte Ausrechnung. Die Brauchbarkeit des Verfahrens ist durch eine Tabelle belegt.

[1] Chim. analytique **39**, 429—431 (1957). Lab. Vitry, Seine (Frankreich).
A. Mührdel

Mikromethoden zur Dichte- und Molekulargewichtsbestimmung kleiner Proben von 0,2—0,5 ml von hochsiedenden Kohlenwasserstoffen geben L. J. Sullivan, R. J. Fries, W. S. McClenahan und Ch. B. Willingham[1] an. Die Dichtebestimmung von 0,5 ml-Proben nehmen die Verff. mit der hydrostatischen Waage[2], bei 0,2 ml-Proben mit einem Bicapillarpyknometer vor. Das Pyknometer ist von Lipkin[3] beschrieben worden. Zur Molekulargewichtsbestimmung verwenden die Verff. eine ebullioskopische Methode. Das Ebulliometer ist im Original genau beschrieben.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1333—1338 (1957). Mellon Inst., Pittsburgh, Pa. (USA). — [2] Forziati, A. F., B. J. Mair u. F. D. Rossini: J. Res. nat. Bur. Standards **35**, 513 (1945). — [3] Lipkin, M. R., I. W. Mills, C. C. Martin u. W. T. Harvey: Analyt. Chemistry **21**, 504 (1949); vgl. diese Z. **132**, 72 (1951). Klaus Brodersen

Bestimmung oberflächenaktiver quartärer Salze und Basen. M. Doležil und J. Bulandr[1] teilen im Anschluß an die Arbeit von M. Doležil[2] mit, daß man kationaktive quartäre Salze, Basen, ggf. Amine durch Titration mit anionaktiven Stoffen unter Verwendung von Eosin als Fluorescenzindicator bestimmen kann. Als Maßflüssigkeit dient eine 0,01 m oder schwächere Lösung von Natriumlaurylsulfat, das aus dem technischen Produkt durch Extraktion mit Äthanol und Umkristallisieren erhalten wird. Die Titerstellung der Maßlösung erfolgt mit Lösungen von Cetylmethylammoniumbromid oder Cetylpyridiniumbromid, deren Gehalt jodometrisch festgestellt wird[2]. Die quartären Salze *(Cetylmethylammoniumbromid, Cetylpyridiniumbromid, Cetychinoliniumbromid)* können im p_H-Bereich 3,5—9 titriert werden, Lösungen der Amine *(Dodecylaminacetat)* müssen auf p_H 3,5—4,5 angesäuert werden. Bei Anwendung von 0,4—9,4 · 10^{-6} Molen der Salze betragen die absoluten Analysenfehler maximal etwa $\pm$ 0,3 · 10^{-6} Mole. Elektrolyte bis zur Ionenstärke $\mu = 0{,}05$ sind ohne Einfluß auf das Titrationsergebnis, das auch von der Indicatormenge unabhängig ist. — *Ausführung.* Man löst 0,25 g Probe in wenig warmem Wasser und füllt auf 250 ml auf. Ein passender aliquoter Teil der Lösung wird mit 0,05 ml 0,2%iger Eosinnatriumlösung versetzt und nach der p_H-Einstellung mit der Laurylsulfatlösung unter ständigem Schütteln im UV-Licht titriert[2]. Die zunächst farblose Lösung wird in der Nähe des Äquivalenzpunktes rotviolett gefärbt, dann tritt zunehmend stärker werdende gelbgrüne Fluorescenz auf. Das Titrationsende ist erreicht, wenn die Fluorescenzintensität ihr Maximum erreicht hat und bei weiterer Zugabe der Maßlösung unverändert bleibt.

[1] Chem. Listy **51**, 255—258 (1957) [Tschechisch]. Forsch.-Inst. Veredelung der Erze, Prag (ČSR). — [2] Chem. Listy **50**, 1588 (1956); vgl. diese Z. **157**, 138 (1957).
H. Kurtenacker

Eine Methode zur colorimetrischen Bestimmung von primären Aminen in aliphatischen Aminacetaten und Aminen von hohem Molgewicht gibt A. J. Milun[1] an. Das Verfahren beruht darauf, daß primäre aliphatische Amine mit Salicylaldehyd eine leuchtend gelb gefärbte Schiffsche Base mit einem Absorptionsmaximum bei 410 mμ ergeben. Jedoch auch sekundäre und tertiäre Amine färben sich bei Zusatz von Salicylaldehyd gelb. Diese störende Färbung schaltet der Verf. dadurch aus, daß er in essigsaurer Lösung arbeitet. Allerdings wird bei Gegenwart von Essigsäure auch die Bildung der Schiffschen Base aus den primären Aminen verlangsamt. Dieser unerwünschten Begleiterscheinung begegnet man durch längere Einwirkungsdauer, einen Überschuß an Salicylaldehyd und Erwärmen der Reaktionslösung auf 30° C — auch noch innerhalb des Photometers. Das Verfahren dient zur Bestimmung des Hauptbestandteils der im Handel befindlichen primären aliphatischen Amine und deren Acetate, die als Verunreinigungen sekundäre und tertiäre Amine neben kleinen Mengen anderer Stoffe enthalten. (Das Verfahren von J. E. Jackson[2] ermöglicht nur eine indirekte Bestimmung des Gehaltes an primärem Amin.) — *Ausführung.* Zu 1,3—1,6 Millimolen des zu untersuchenden primären Amins bzw. seines Acetats fügt man 14 bzw. 17 ml Chloroform und 6 bzw. 3 ml Essigsäurelösung (4 ml Eisessig mit Chloroform auf 200 ml verdünnt), mischt vorsichtig und gibt darauf 5 ml einer frisch bereiteten Salicylaldehydlösung (5 ml Salicylaldehyd mit Chloroform auf 100 ml verdünnt) hinzu, schüttelt wieder vorsichtig und läßt 80 min bei 30° C im Wasserbad stehen, überführt dann die Lösung quantitativ in einen 500 ml-Meßkolben, füllt mit Chloroform bis etwa 1,5—2 cm unter der Marke auf, erwärmt noch einmal 10 min im Wasserbad und photometriert genau 100 min nach der Zugabe des Salicylaldehyds, nachdem bis zur Marke aufgefüllt worden ist, bei 30° C gegen Chloroform. Die Fehlergrenze der Methode gibt der Verf. mit ± 0,6% an. Auch zur qualitativen Unterscheidung der primären Amine von den sekundären und tertiären wird die Methode empfohlen.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1502—1504 (1957). General Mills, Inc., Minneapolis, Minn. (USA). — [2] Analyt. Chemistry **25**, 1764 (1953); vgl. diese Z. **146**, 48 (1955).

Hanna Ritzel

Die jodometrische Bestimmung von Tetranitromethan in konz. Salpetersäure unter Rücktitration mit Thiosulfat wird nach I. Sakamaki, H. Ishikawa und R. Nakamura[1] bei p_H 5,0—6,5 durchgeführt. Die Endpunktsbestimmung erfolgt potentiometrisch; die Fehler betragen ± 0,5 mg. Salpetrige Säure wird durch Amidosulfonsäure zerstört.

[1] Jap. Analyst **6**. 626—630 (1957) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Mitsubishi Chem. Ind. Kurosako Factory (Japan). G. Denk

Aldehyde, Ketone. *Zur maßanalytischen Bestimmung von Formaldehyd bei Gegenwart von Ammoniumsalzen* hat S. Bose[1] die von G. Romijn[2] angegebene Methode in geeigneter Weise umgearbeitet, so daß die Titration ohne Schwierigkeiten ausgeführt werden kann. — *Arbeitsweise.* 5 ml der 0,1 m Formaldehydlösung, die etwa 0,05 m an Ammoniumchlorid ist, werden in einem 100 ml-Erlenmeyer-Kolben mit etwa 8 ml frisch bereiteter $HgCl_2$-KJ-Lösung versetzt [man löst 3 g Quecksilber(II)-chlorid und 50 g Kaliumjodid in 100 ml Wasser]. Man gibt 12,50 ml 0,1 n Jodlösung zu, alkalisiert mit 2,0 ml 1 n Natronlauge, verstopft den Kolben und läßt das Reaktionsgemisch unter gelegentlichem Schütteln mindestens 20 min bei etwa 20° C stehen. Anschließend wird mit 4 ml 1 n Salzsäure angesäuert und das ausgeschiedene Jod mit 0,05 n NaOJ-Lösung unter Verwendung von Stärke als Indicator titriert. Ein Blindversuch wird entsprechend durchgeführt. (1 ml 0,05 n NaOJ-Lösung entspricht 0,75 mg Formaldehyd.) Das beschriebene Verfahren kann

auch bei Gegenwart von Hexamethylentetramin angewendet werden. Nach den mitgeteilten Analysenzahlen werden ausgezeichnete Titrationsergebnisse erhalten.

[1] J. Indian chem. Soc. **34**, 497—500 (1957). Mahakoshal Mahavidyalaya, Jabalpur (Indien). — [2] Diese Z. **36**, 19 (1897). K. Machner

Aldehyde geben nach T. Urbański[1] mit *1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure (H-Säure)* in 80%iger Schwefelsäure eine gelbe bis organgegelbe Farbreaktion. Die Nachweisgrenze ist bei *Formaldehyd* und *Benzaldehyd 0,01%*; *Zimtaldehyd* und *Furfurol 0,002%*. Ketone geben eine ähnliche Farbreaktion, doch ist die Empfindlichkeit des Nachweises geringer. — *Arbeitsweise.* 1 ml der zu prüfenden Lösung wird mit einigen Millilitern H-Säurelösung versetzt. Diese stellt man durch Vermischen von 33,3 ml Wasser mit 100 ml konz. Schwefelsäure und 0,70 g H-Säure her.

[1] Bull. Acad. pol. Sci., Cl. 3, 4, 599—600 (1956). Inst. org. Chem., Poln. Akad. Wissenschaften (Polen). G. Kainz

2,4-Dinitrophenylhydrazone aliphatischer Aldehyde und Ketone wurden von E. L. Pippen, E. J. Eyring und M. Nonaka[1] an Säulen mit Kieselsäure-Celite (2:1) getrennt. — *Arbeitsvorschrift.* Zur *Darstellung der Hydrazone* wird die Carbonylverbindung zu einem 10%igen Überschuß einer 0,2%igen 2,4-Dinitrophenylhydrazinlösung in 2 n Salzsäure gegeben. Der Niederschlag wird aus Alkohol umkristallisiert. In einigen Fällen ist vor der Kristallisation noch eine chromatographische Reinigung nötig. Die Darstellung von *Diacetylmono-2,4-dinitrophenylhydrazon* erfolgt durch Zufügen der Hydrazinlösung zu einem Überschuß von Diacetyl in Wasser. — Die Glaskolonnen zur Chromatographie haben einen äußeren Durchmesser von 35 mm und sind 23 und 75 cm lang. Als Lösungsmittel dient Petroläther, Kp 40—50° C. Das Hydrazongemisch, das 10—15 mg der einzelnen Komponenten enthält, wird in Chloroform gelöst auf die Kolonne gebracht. Nach der Trennung werden die einzelnen Fraktionen eluiert oder aus der Kolonne herausgestoßen und mit Chloroform extrahiert. Zur Identifizierung genügen in den meisten Fällen Schmelzpunkt und Mischschmelzpunkt. — Nach dieser Methode können benachbarte Glieder der homologen Reihe normaler gesättigter Aldehyde bis zu C_7 getrennt werden. Das chromatographische Verhalten von 34 2,4-Dinitrophenylhydrazonen aliphatischer Aldehyde und Ketone wird beschrieben.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1305—1307 (1957). Agric. Res. Service, Albany, Calif. (USA). Eva Neuhaus

Die Bestimmung höherer aliphatischer Aldehyde in Gegenwart von Ketonen und Fettsäuren wird von L. D. Metcalfe und A. A. Schmitz[1] angegeben. Das Prinzip der Methode besteht in der Oxydation aliphatischer Aldehyde in Gegenwart von Ketonen und Fettsäuren zu Fettsäuren. Die Oxydation erfolgt mit einem Gemisch aus 3%iger Wasserstoffperoxydlösung und 1 n Natronlauge bei höherer Temperatur. Der Verbrauch an Hydroxyd in der Reaktion ist ein Maß für die Menge an Aldehyd. Freie, im Aldehyd vorhandene Fettsäuren, müssen zuvor getrennt durch Titration ermittelt werden. — *Arbeitsweise.* Etwa 6 Milliäquivalente Aldehyd werden in einen 250 ml-Erlenmeyer-Kolben mit Schliffstopfen eingewogen und 30 ml 3%ige Wasserstoffperoxydlösung (5%ig für Aldehyde von Dodecanal an aufwärts), 10 ml 1 n Natronlauge sowie 2—3 Tropfen Antischaummittel (Dow-Corning Antifoam A) zugegeben. Der Kolben wird dann auf dem Dampfbad 30 min (60 min für Aldehyd von Dodecanal an aufwärts) erhitzt. (Nach vollständiger Erwärmung des Kolbens wird zugestopft!) Nach dem Öffnen des Kolbens, Abkühlen in kaltem

Wasser und nach Zugabe von 50 ml Alkohol (gegen Phenolphthalein neutralisiert) und 5 Tropfen 1%ige Phenolphthaleinlösung wird mit 0,5 n Salzsäure titriert. Leerwerte sowie Fettsäuregehalt des Aldehyds werden vorher in anderen Proben festgestellt! — Für eine Reihe von dargestellten und fraktionierten Aldehyden wurden nebenher auch die Verfahren mit Hydroxylamin oder Hydrogensulfit angewandt. Die erhaltenen Ergebnisse stimmten gut überein. Waren Ketone in den Aldehyden vorhanden, z. B. Diheptyl-, Dinonyl- oder Diundecylketon, so störten diese die Bestimmung nicht, wenn ihr Anteil 20% oder weniger betrug. Diheptadecylketon war in einer Menge von 10,5% oder weniger ohne Einfluß auf das Analysenergebnis. Sind Ester im Aldehyd vorhanden, so stören diese die Analyse (Verbrauch von Alkali, da Hydrolyse eintritt). Deshalb muß in solchen Fällen nebenher die VZ bestimmt werden. Die Methode ist zur routinemäßigen Kontrolle von Aldehyden, die aus Fettsäuren hergestellt werden, geeignet.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1676—1678 (1957). Amour & Co., Chicago, Ill. (USA).
H. Kathen

Über die spektrophotometrische Bestimmung von α,β-ungesättigten Aldehyden und Ketonen mit Girard-T-Reagens' berichten J. B. Stenlake und W. D. Williams[2,3]. Im ersten Teil[2] ihrer Mitteilungen beschreiben Verff. die *Bestimmung von Citral, Zimtaldehyd und Carvon in ätherischen Ölen* und geben folgende *Arbeitsvorschriften: 1. Citral und Zimtaldehyd.* Die genau gewogene Probe (10—300 mg) des Öls kocht man 12 min unter Rückfluß mit 5 ml Äthanol und 0,2 g Girard-T-Reagens, kühlt ab, überführt mit 50 ml Äther in einen Scheidetrichter und wäscht mit 25 ml Wasser nach. Man schüttelt sanft, läßt absitzen, trennt die wäßrige Schicht ab, wäscht die Ätherschicht noch zweimal mit je 10 ml Wasser aus und füllt die mit dem Waschwasser vereinigte wäßrige Schicht auf 500 ml auf. Einen aliquoten Teil davon verdünnt man in geeigneter Weise (10:100 oder 10:250) und mißt die Absorption in 1 cm-Zellen bei 281 mμ (Citral) bzw. 313 mμ (Zimtaldehyd) gegen eine Blindlösung, die ohne Ölzusatz auf dieselbe Art bereitet wird. Den Gehalt berechnet man aus den mit Hilfe von Standardlösungen ermittelten Extinktionskoeffizienten. — *2. Carvon.* 15—20 mg des Öls kocht man 70 min lang mit 5 ml Äthanol, 0,5 ml Eisessig und 0,2 g Girard-T-Reagens unter Rückfluß, kühlt ab, überführt mit 50 ml Äther in einen Scheidetrichter, der genügend 1 n Natronlauge enthält, um $^9/_{10}$ der Essigsäure zu neutralisieren, und verfährt weiter wie unter (1) beschrieben. - Ein Vergleich der Ergebnisse mit den unter Verwendung von Hydroxylaminhydrochlorid[4] erhaltenen Werten zeigt die Brauchbarkeit des spektrophotometrischen Verfahrens, besonders bei kleinen Gehalten, wenn auch dieses Verfahren nicht unbedingt als Anhaltspunkt für die organoleptischen Eigenschaften dienen kann. — In ihrer zweiten Mitteilung[3] berichten Verff. über die *Bestimmung der Ketosteroide Ethisteron und Methyltestosteron* nach dem gleichen Prinzip. Es werden zwei Arbeitsvorschriften gegeben: a) eine allgemeine Methode für Tabletten unbekannter Zusammensetzung, die die Störung durch vielleicht vorhandene Glucose sowie Saccharose berücksichtigt, und b) eine direkte Methode, die bei Abwesenheit dieser Zucker angewendet wird. — *a) Allgemeine Methode.* Eine etwa 10 mg Ketosteroid entsprechende Menge der pulverisierten Probe versetzt man mit 7 ml Eisessig, erhitzt 2 min unter Rühren im siedenden Wasserbad, kühlt ab und filtriert durch Baumwollwatte. Den Rückstand behandelt man mit 3 mal je 1 ml Eisessig, erhitzt dabei in gleicher Weise und filtriert in das gleiche Gefäß. Schließlich extrahiert man den Rückstand nochmals mit 3 ml Eisessig und filtriert in ein besonderes Gefäß. Dieses Filtrat benutzt man zum Auffüllen; 1 ml davon verwendet man zur Bereitung der Blindprobe, die in gleicher Weise behandelt wird wie der Hauptextrakt. Von diesem entnimmt man 1 ml, versetzt mit 20 mg Girard-T-Reagens, erhitzt 3 min, anfangs unter Umschwenken, im siedenden Wasserbad (in locker mit Watte verschlossener Röhre), kühlt ab,

überführt in einen 200 ml-Meßkolben, der 100 ml Wasser sowie genügend 1 n Natronlauge enthält, um $^9/_{10}$ der Essigsäure zu neutralisieren, wäscht aus und füllt mit Wasser auf. Dann mißt man die Absorption (1 cm-Zelle) gegen Wasser als Vergleichslösung bei 282 mμ (Ethisteron) bzw. 283 mμ (Methyltestosteron). Die Berechnung erfolgt ebenfalls aus den mit Hilfe von Standardlösungen ermittelten Extinktionskoeffizienten. — *b) Direkte Methode.* Eine Probemenge, die etwa 1 mg Ketosteroid entspricht, versetzt man mit 1 ml frisch bereiteter 2%iger Girard-T-Reagenslösung in Eisessig, erhitzt 3 min im siedenden Wasserbad und verfährt weiter wie unter (a) angegeben. Zur Blindwertsbestimmung benutzt man eine entsprechende Menge der Tablettengrundlage und behandelt in gleicher Weise.

[1] Girard, A., u. G. Sandulesco: Helv. chim. Acta **19**, 1095 (1936). — [2] J. Pharmacy Pharmacol. **9**, 900—907 (1957). Royal Coll. Sci. Techn., Glasgow (Schottland). — [3] J. Pharmacy Pharmacol. **9**, 908—913 (1957). — [4] British Pharmacopoeia 1953, S. 759. A. Mührdel

Zur Charakterisierung und Bestimmung von einfachen und stereoidischen Aldehyden und Ketonen eignet sich nach Untersuchungen von B. Camber[1] *Salicoylhydrazin* (Salicylsäurehydrazid) als Reagens. Die gebildeten Hydrazone fluorescieren in verschiedenen Farben im Licht einer Woodschen Lampe. Durch Zusatz von Zn-Acetat wird die Fluorescenzintensität zum Teil erheblich verstärkt und die Farbe verändert. Auch Natronlauge verändert die Fluorescenzfarbe mancher Hydrazone, löscht aber bei anderen die Fluorescenz vollkommen. Einige Salicoylhydrazone fluorescieren im Woodschen Licht nicht, ergeben aber bei der Kondensation mit p-Aminodiäthylanilin (I) charakteristische Farben im sichtbaren Licht. Die Reaktion der Carbonyle mit Salicoylhydrazin (II) kann zum qualitativen Nachweis auf Filterpapier und zur quantitativen Bestimmung im Fluorimeter verwendet werden. Neben einer Vielzahl von einfacheren Carbonylen, z. B. *Benzaldehyd und Derivate, Salicylaldehyd, Hexaldehyd, Heptaldehyd, Cyclohexanon, Cyclopentanon, Aceton, Lävulinsäure* geben vor allem viele Ketosteroide die Fluorescenzreaktion mit II. Sie lassen sich in 6 Gruppen einteilen: 1. *3- und 17-Ketosteroide (gesättigte* und *aromatische):* fluorescieren himmelblau bis violett; Nachweisgrenze (NG) 5 μg (in einem Fleck von 1,5 cm ⌀ auf Papier). 2. *Δ^4-3-Ketosteroide* (einschließlich *Cortison*): gelbe Fluorescenz, NG 0,5 μg. 3. *Prednisolacetat* und *17-Hydroxyandrosta-1,4-dien-3-on*: blaßblaue Fluorescenz, mit Zn-Acetat nach Grün wechselnd, NG 25 μg. 4. *3α,11β,17α,21-Tetrahydroxypregnan-20-on*: lichtblaue Fluorescenz, die durch Zn-Acetat ausgelöscht wird. NG 25 μg. 5. *Pregnenolonacetat*: keine Fluorescenz, aber Farbstoffbildung mit I. 6. *Aldosteron*: gelbe Fluorescenz, die nicht durch Zn-Acetat verändert wird. — Die Reaktionen, die im essigsauren Milieu stattfinden, sind als Tüpfelprobe sowie zum Nachweis auf Papierchromatogrammen geeignet. Freies nicht umgesetztes II gibt nach dem Trocknen auf dem Papier, zumal nach Behandlung mit Zn-Acetat eine gewisse Eigenfluorescenz. Man kann das II durch Waschen mit $Na_3[Fe(CN)_5NH_3]$-Lösung herauslösen, wobei die Hydrazone ungelöst auf dem Papier verbleiben. Außer durch ihre Fluorescenz lassen sich diese nach Umsatz mit I und nachfolgender Oxydation mit K-Perjodat in Form von sehr intensiv gefärbten blaugrünen Indoanilinfarbstoffen nachweisen. NG liegt hier bei 0,1 μg, jedoch besteht keine Differenzierung der einzelnen Steroide. — Eine sehr elegante Tüpfelprobe läßt sich auf Cellophanpapier ausführen, wobei auf einer Seite die Probe aufgetragen wird und man nachher von der anderen Seite her das Reagens durchdiffundieren läßt. Auf ähnliche Weise ist auch ein sehr empfindlicher Nachweis von flüchtigen Carbonylverbindungen möglich, indem das mit Reagens getränkte Cellophan über das mit der Probe beschickte Reagensglas gespannt und dieses leicht erwärmt wird. Bei allen Nach-

weisreaktionen, besonders bei den quantitativen Bestimmungen mit einem Fluorimeter ist peinlichst auf Reinheit der Reagentien und Geräte zu achten. — Das Original enthält genaue und ausführliche experimentelle Angaben.

[1] Clin. chim. Acta (Amsterdam) **2**, 188—198 (1957). H. PELZER

Methylketone lassen sich, wie M. H. HASHMI[1] berichtet, bestimmen, indem man diese Verbindungen mit Hydroxylaminhydrochlorid zu den entsprechenden Oximen umsetzt und die hierbei in Freiheit gesetzte Salzsäure durch p_H-Messung an Hand einer Eichkurve ermittelt. Für jedes Keton ist eine spezielle Eichkurve nötig, da die Ketone unterschiedlich und meist nicht quantitativ reagieren. — *Anfertigung einer Eichkurve.* In mehreren 25 ml-Meßkolben werden je 10 ml einer 5%igen Hydroxylaminhydrochloridlösung mit verschiedenen Mengen des zu bestimmenden Ketons, maximal mit 62,5 mg, versetzt und auf 25 ml verdünnt. Nach dem Vermischen wird der p_H-Wert der Lösung gemessen und eine Eichkurve für das betreffende Keton angefertigt. Die *Bestimmung* erfolgt in analoger Weise. Der erhaltene p_H-Wert wird an Hand der Eichkurve ausgewertet.

[1] Anal. chim. Acta (Amsterdam) **17**, 383—385 (1957). West Regional Labs. C. S. I. R., Lahore (Pakistan). G. KAINZ

IV. Spezielle analytische Methoden

1. Analyse von Lebensmitteln

Die flüchtigen Schwefelverbindungen, die beim Kochen von Kohl auftreten, wurden von G. P. DATEO, R. C. CLAPP, D. A. M. MACKAY, E. J. HEWITT und T. HASSELSTROM[1] als *Dimethyldisulfid* und als *Schwefelwasserstoff* identifiziert. Ersteres ist für den typischen Geruch von gekochtem Kohl verantwortlich. Verff. konnten nachweisen, daß sich beim Kochen das Dimethyldisulfid aus L-S-Methylcysteinsulfoxyd bildet. Zum Nachweis der flüchtigen Schwefelverbindungen wurden die beim Kochen auftretenden Dämpfe mittels Stickstoff durch Absorptionsröhren geschickt, die nacheinander wasserfreies $CaCl_2$, $Pb(C_2H_3O_2)_2 \cdot 3H_2O$, 4%ige $Hg(CN)_2$-Lösung und 3%ige $HgCl_2$-Lösung enthielten. Die ersten beiden dienten der Trennung des Schwefelwasserstoffs von organischen Schwefelverbindungen. Da sich in der Röhre mit $Hg(CN)_2$ keine Veränderung zeigte, mußte auf die Abwesenheit von Mercaptanen geschlossen werden. Der weiße Niederschlag in den Röhrchen mit Quecksilberchlorid wurde als Dimethyldisulfid erkannt. Um die ursprünglich im Kohl vorhandenen Schwefelverbindungen zu ermitteln, wurde die Probe mit 60%igem Alkohol extrahiert und das Unlösliche nach einigen Reinigungsoperationen chromatographisch in eine basische Fraktion und eine neutrale und saure Fraktion zerlegt. Mittels Papierchromatographie konnte L-S-Methylcysteinsulfoxyd nachgewiesen werden. Der Gehalt verschiedener Kohlgemüsearten an flüchtigen Schwefelverbindungen wurde ermittelt.

[1] Food Res. **22**, 440—447 (1957). Pioneer. Res. Div., Natick, Mass., a. Evans Res. Developm. Corp., New York City (USA). B. ROSSMANN

Zum polarisationsoptischen Nachweis von Apfelmark in den Zubereitungen verschiedener Früchte benutzt A. T. CZAJA[1] die Tatsache, daß die Zellwände der Parenchymzellen des Apfelmesocarps (Apfelmark) dicker sind als die anderer Fruchtmarkzellen. Umgebogene Ränder und Falten der Zellwände ergeben meist Parallelisierung der Cellulosemicelle, so daß diese bevorzugten Stellen anisotrop, also doppelbrechend sind. Sie zeigen daher bei Verwendung gekreuzter Polarisatoren mit Gipskompensator Rot I. Ordnung unter dem Mikroskop lebhaftere und „höhere“

Interferenzfarben als alle anderen in Frage kommenden Fruchtmarkzellen. Die Anordnung des Polarisator- und Analysatorfilters am Mikroskop wird so vorgenommen, daß die Tischkante senkrecht zum Markierungsstrich des Analysatorfilters steht. Das Gipsplättchen wird unter dem Analysatorfilter so orientiert, daß die lange Achse des Indexellipsoides unter 45° im rechten vorderen Quadranten des Gesichtsfeldes liegt. Mit Hilfe dieser optischen Anfärbung lassen sich Apfelmarkzellen in Zubereitungen anderer Früchte leicht erkennen. Es werden die Zellbestandteile und deren optische Eigenschaften von folgenden Früchten beschrieben: *Ananas*, *Apfel*, *Apfelquitte*, *Apfelsine*, *Aprikose*, *Birne*, *Birnenquitte*, *Brombeere*, *Erdbeere*, *Hagebutte*, *Heidelbeere*, *Himbeere*, *Johannisbeere*, *Kirsche*, *Mirabelle*, *Pfirsich* (weiß- und gelbfleischig), *Pflaume*, *Preiselbeere* und *Stachelbeere*.

[1] Z. Lebensmittel-Unters. u. -Forsch. **106**, 262—271 (1957). T. H. Aachen.

B. Rossmann

Zur Bestimmung von Diphenyl und Thioharnstoff in Orangenschalen haben F. Hoeke und H. Cats[1] geeignete Untersuchungsmethoden ausgearbeitet. Beide Verbindungen werden ähnlich den bereits früher angegebenen Verfahren[2,3] photometrisch bestimmt. — *Arbeitsweise. Diphenylbestimmung.* Man extrahiert die Orangenschalen bei bedecktem Becher 16 Std mit Chloroform (dabei ist darauf zu achten, daß das Extraktionsgut vom Lösungsmittel bedeckt wird und keine größeren Verdampfungsverluste eintreten). Die erhaltene Chloroformlösung wird 2mal mit etwa dem gleichen Volumen 4 n Salzsäure ausgeschüttelt, danach mit 1 ml Eisessig versetzt und bis auf etwa 2 ml eingedampft. Man spült den Eindampfrückstand mit 2 ml Chloroform in einen trockenen 40 ml-Schüttelzylinder, gibt 1 ml Salpetersäure (D 1,4) zu, erwärmt das Reaktionsgemisch unter gelegentlichem Schütteln 60 min auf 70° C (Wasserbad), versetzt anschließend mit 10 ml Eiswasser und 1 ml Chloroform, schüttelt kräftig 2 min, entfernt nach Phasentrennung die wäßrige Schicht und wäscht die Chloroformschicht noch 2mal mit je 10 ml Wasser. Die erhaltene Chloroformlösung wird in einen 50 ml-Erlenmeyer-Kolben übergeführt. Mit 1 ml 96%igem Alkohol und 2,5 ml 4 n Salzsäure wird nachgespült. Man erhitzt zur Entfernung des Chloroforms 3 min im kochenden Wasserbad, gibt dann 200 mg Zinkstaub zu, erwärmt bei bedecktem Kolben weitere 10 min im kochenden Wasserbad, filtriert in einen 50 ml-Meßkolben, wäscht das Filter und den Kolben mit 25 ml dest. Wasser, versetzt das Filtrat mit 1 ml frisch bereiteter 0,25%iger Natriumnitritlösung, mischt gut durch, läßt das Reaktionsgemisch 10 min stehen, fügt 1 ml 2,5%ige Ammoniumsulfamatlösung hinzu, wartet erneut 10 min, gibt anschließend 2 ml 1%ige N-(1-Naphthyl)-äthylendiamindihydrochloridlösung zu, füllt mit Wasser zur Marke auf und mißt nach 1 Std die Extinktion der erhaltenen Farbsalzlösung bei 570 mμ. Ein Blindversuch wird entsprechend durchgeführt. Gleichzeitig wird auch eine Lösung von 100 μg Diphenyl in 2 ml Chloroform (als Standard) in der beschriebenen Weise analysiert.— *Thioharnstoffbestimmung.* Die Orangenschalen werden in einem Becher 16 Std mit Wasser extrahiert. Anschließend spült man die Schalen mit etwas Wasser ab und dampft den Extrakt auf etwa 5 ml ein (Wasserbad). Man versetzt den Eindampfrückstand unter Schütteln mit 0,1 n Jodlösung, bis ein Jodüberschuß beobachtet werden kann, läßt auf Raumtemperatur abkühlen, reduziert 10—15 min nach Zugabe der Jodlösung den Jodüberschuß tropfenweise mit 0,25%iger Natriumsulfitlösung, füllt im 10 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke auf und entnimmt einen aliquoten Teil (5 ml) der erhaltenen Lösung zur photometrischen Thioharnstoffbestimmung, die nach einer bereits früher beschriebenen Methode[3] durchgeführt wird. Phenylthioharnstoff, α-Naphthylthioharnstoff und andere Thioharnstoffderivate geben analoge Farbreaktionen wie Thioharnstoff und stören die quantitative Bestimmung. Daher wird der Rest der Lösung eingedampft, der

Eindampfrückstand in 2 Tropfen Wasser gelöst und nach dem von A. KJAER und K. RUBINSTEIN[4] angegebenen Verfahren papierchromatographisch auf Abwesenheit von Thioharnstoffderivaten untersucht.

[1] Chem. Weekbl. **1957**, 609—611 [Holländisch]. Keuringsd. van Waren, Rotterdam (Niederlande). — [2] BRUCE, R. B., und J. W. HOWARD: Analyt. Chemistry **28**, 1973 (1956); vgl. diese Z. **157**, 316 (1957). — [3] Methods of Analysis of the Association of Official Agricultural Chemists, S. 510, 1955; siehe auch J. Ass. off. agric. Chemists **38**, 555 (1955). — [4] Acta chem. scand. **7**, 528 (1953); vgl. diese Z. **141**, 462 (1954). K. MACHNER

Der Schnelltest zur Bestimmung der Peroxydzahl (POZ) mit Eisen(II)-Ammoniumrhodanid[1] wird von K. TÄUFEL und R. SERZISKO[2] auf seine Mängel und deren Behebung hin eingehend behandelt. Eine Hauptschwierigkeit ist die Herstellung und Aufbewahrung des Eisen(II)-Ammoniumrhodanid-Reagenses. Höchste Analysenreinheit der Präparate ist erforderlich. Als Säure wird Schwefelsäure zugesetzt. — *Darstellung des Reagenses.* 100 ml 10%ige Ammoniumrhodanidlösung, die 1 ml konz. Schwefelsäure enthalten, werden mit 0,6 g Eisenpulver (bei niedrigen POZZ) oder 1,0 g Eisenpulver (bei höheren POZZ) und 10 g Eisen(II)-sulfat ($FeSO_4 \cdot 7\,H_2O$) versetzt. Diese Stammlösung wird mit sauerstofffreiem Wasser unter Ausschaltung des Luftsauerstoffs bereitet. Das nur 1—2 Std haltbare Nachweisreagens wird jeweils hergestellt, indem man 5 ml dieser Stammlösung mit 22,5 ml ausgekochtem dest. Wasser und 22,5 ml frisch dest. Aceton kurz schüttelt. — *Zur Bestimmung der POZZ in Butter und Margarine* werden 1—2 Tropfen des reinen Fettes in 10 ml Aceton gelöst, mit 0,2 ml Nachweisreagens einmal geschüttelt und nach 5 min mit einer Farbvergleichsskala in zugeschmolzenen Reagensgläsern verglichen, deren Farbtiefe den POZZ von 1—10 (1 POZ = ml 0,002 n $Na_2S_2O_3$/1 g Fett) entspricht und die folgendermaßen bereitet wird: Je 49,6 ml einer 1) 0,5%igen, 2) 1,0%igen, 3) 2,0%igen, 4) 4,0%igen, 5) 5,0%igen, 6) 8,0%igen, 7) 10,0%igen, 8) 15,0%igen, 9) 20,0%igen, 10) 25,0%igen neutralen, wäßrigen Kobaltnitratlösung [$Co(NO_3)_2 \cdot 6\,H_2O$] werden mit 0,4 ml 0,1 n Kaliumdichromatlösung versetzt. Die Färbung des Blindwertes ist ebenfalls mit der Skala zu vergleichen und vom Ergebnis abzuziehen. Nach Angabe der Verff. stimmen die nach dieser Methode ermittelten Werte gut überein mit den nach B. D. SULLY[3] und nach K. TÄUFEL und H. ROTHE[4] erhaltenen POZZ. — Zur Durchführung des *dynamischen Peroxydtestes* mittels Filtrierpapier gehen die Verff. von 1,7 g Fetteinwaage bzw. von 75 Tropfen reinen Fettes aus, das sie in 10 ml Aceton/Chloroform (1 + 1) lösen und in Mengen von 0,025 ml im Abstand von 4 cm auf Streifen von eisenfreiem Papier auftragen. Als Sprühreagens wird das gleiche Eisen(II)-Ammoniumrhodanidreagens (s. oben) verwendet[5]. Die Verff. empfehlen den Test besonders zur Prüfung der Autoxydationsneigung von Kakaobutter. Bei der Beurteilung von autoxydierten Fetten legen die Verff. jedoch der POZ nur den Charakter einer empirischen Kennzahl bei und fordern bei jedem Resultat die Angabe der benutzten Analysenvorschrift.

[1] TÄUFEL, K.: Fette, Seifen, einschl. Anstrichmittel **59**, 87 (1957); vgl. diese Z. **159**, 310 (1957). — [2] Fette, Seifen, einschl. Anstrichmittel **59**, 827—830 (1957). Akad. Wiss. Berlin u. Inst. Ernähr., Potsdam-Rehbrücke. — [3] Analyst **79**, 86 (1954); vgl. diese Z. **154**, 66 (1957). — [4] Angew. Chem. **61**, 84 (1949). — [5] TÄUFEL, K., u. R. VOGEL: Fette, Seifen, einschl. Anstrichmittel **57**, 383 (1955); vgl. diese Z. **150**, 398 (1956). HANNA RITZEL

Über den Nachweis der Fette der Cocosfett-Gruppe in Milchschokoladen berichtet A. PURR[1] im Rahmen seiner Untersuchungen über die Fremdfettbestimmung

in Kakao-Erzeugnissen[2]. Über 5% zugesetzten Fremdfettes wird mit Hilfe der Integrationsanalytik sicher erfaßt. Zur Durchführung der Analyse werden 32 g wasserfreies, durch Rührextraktion gewonnenes Schokoladenfett, entsprechend 100 g Milchschokolade, benötigt. Die genaue Arbeitsvorschrift, um aus der chloroformigen Fettlösung wasserfreies Fett zu erhalten, ist angegeben. Der Milchfettanteil wird aus der Buttersäurezahl berechnet. Die quantitative Bestimmung des Gesamtfettes geschieht jedoch nach der von J. KLEINERT[3] modifizierten Methode von W. LEITHE und J. H. HEINZ[4]. Die weiteren Untersuchungen werden mit der I. Fraktion der Fettsäureglyceride durchgeführt, die durch Tieftemperaturkristallisation (—14° C) aus wasserfreiem Aceton erhalten werden. Die Apparatur und Arbeitsvorschrift hat Verf. bereits früher angegeben[5]. Die Versuchsbedingungen und Materialeigenschaften müssen zur Erlangung reproduzierbarer Ergebnisse genau eingehalten werden. Es müssen bestimmt werden: der Gesamtfettgehalt, der Milchfettgehalt, die Kennzahlen: SZ, JZ, HGZ, HBsZ, HRZ, die Ausbeute der I. Glyceridfraktion (g/100 ml acetoniger Lösung), der Anilinpunkt, $n^{40°}_{D}$, Lichtabsorption bei 425 mμ und gegebenenfalls Änderung der Grenzflächenspannung von Fettsäuregemischen nach der Capillarmethode und papierchromatographische Fettsäureuntersuchungen. Nach orientierender Prüfung auf Verfälschungen folgt die Prüfung auf zugelassene Fremdfette wie Haselnuß- und Mandelöl und anschließend auf nicht zugelassene Fremdfette. Bei der Durchführung der Halbmikrogesamtzahl und Halbmikrobuttersäurezahl zum Nachweis der Cocosfettgruppe kann die universelle Anwendbarkeit der Methode nach J. GROSSFELD nicht bestätigt werden. Daher stellt Verf. in zahlreichen Versuchen die Blindstreuung fest, so daß auf Grund dieser Zahlen Cocosfettanteile nur über 7—8% als Verfälschung angesehen werden können. Da aber zur Beurteilung eines Fremdfettzusatzes auch noch die oben angeführten Bestimmungen durchgeführt werden, ist dessen sichere Erkennung gewährleistet. Aus vielen Modellversuchen mit etwa 3500 ermittelten Kennzahlen und aus 25 Modellschokoladen sind die Ergebnisse in Schaubildern zusammengestellt. Nach dem Gesetz der großen Zahl können dann die Werte aus zu untersuchendem Material ersteren gegenübergestellt werden. Verf. stellt fest, daß alle Kennzahlen bis auf den Anilinpunkt bei allen verschiedenen Versuchsvarianten unverändert bleiben, selbst wenn die erlaubte Menge an Haselnuß- oder Mandelöl zugesetzt worden ist.

[1] Fette u. Seifen **59**, 615—624 (1957). Inst. Lebensmitteltechnol. u. Verpackg., München. — [2] Vgl. diese Z. **156**, 153 (1957). — [3] Int. Fachschr. f. d. Schokoladenind. **10**, Nr. 8 (1955). — [4] Z. Unters. Lebensmittel **72**, 414 (1936); vgl. diese Z. **111**, 205 (1937/38). — [5] Fette u. Seifen **58**, 898 (1956); Gordian **56**, Nr. 1348, 14, 1957; vgl. diese Z. **156**, 453 (1957). B. ROSSMANN

In Fortsetzung der vorstehenden Arbeit von A. PURR[1] befaßt sich A. HETTICH[2] mit dem *Nachweis der Erdnußfett-Gruppe in Milchschokoladen.* Sämtliche analytischen Kennzahlen sind nach den vorerwähnten Methoden ermittelt worden. Die Versuche betreffen ausschließlich Modellmischungen, während über eigentliche Schokoladenuntersuchungen später berichtet werden soll. Die biologische Streuung des Kakao- und Milchfettes ist zunächst nicht berücksichtigt worden. Verf. benutzt ebenfalls die von A. PURR eingeführte Integrationsanalyse. Die durch Tabellen und Schaubilder dargestellten Untersuchungsbefunde der I. Fettglyceridfraktion besagen über die Nachweisbarkeit des Erdnußfettes folgendes: Gehärtetes Erdnußfett, mehr noch Biskin, erhöhen bei Abwesenheit von Nußöl die Jodzahl. Gering erhöht wird auch der Anilinpunkt, während die Buttersäurezahl, die Gesamtzahl und die Säurezahl gering erniedrigt werden. Bei Gegenwart von Nußöl werden die Säurezahl und die Extinktion erniedrigt, der Brechungsindex erhöht. Mandelöl

unterdrückt in höherem Maße als Haselnußöl die durch Erdnußfett hervorgerufenen Effekte. Da Erdnußfette und Cocosfette bei einigen wichtigen Kennzahlen entgegengesetzte Verschiebungen bewirken, ist ein Verschneiden beider Fette zur Kompensation möglich. Doch besteht diese Kompensation nicht bei der Ausbeute der Glyceridfraktion, der Buttersäurezahl, der Extinktion und der Säurezahl. Es erweisen sich bei Abwesenheit von Cocosfett zwei Gruppen von Kennzahlen als voneinander abhängig: 1. Ausbeute, Extinktion und Säurezahl, 2. Anilinpunkt, Buttersäure- und Gesamtzahl. Als Richtlinien für den Analysengang zum Nachweis von Erdnußfett, Cocosfett und Nußöl in Milchschokolade empfiehlt Verf. nachstehenden Gebrauch der Kennzahlen: *I. Ausbeute normal oder nur ganz wenig erhöht.* Weder Nußöl noch Cocosfett können in nennenswerter Menge zugegen sein. Erdnußfett kann dagegen vorhanden sein. 1. Jodzahl normal. Die Schokolade enthält keines der gefragten Fremdfette. 2. Jodzahl erhöht. Erdnußfett anwesend. 3. Jodzahl erniedrigt. Es liegt ein anderes als das vorausgesetzte System vor. *II. Ausbeute erhöht.* Nußöl, Cocosfett oder beide sind anwesend. Erdnußfett kann anwesend sein, aber nicht allein. 1. Jodzahl normal oder erniedrigt. Cocosfett ist allein anwesend, wenn die Jodzahl ausgesprochen erniedrigt ist; ist sie normal oder wenig erniedrigt, so sind neben Cocosfett auch Erdnußfett, Nußöl oder beide, zugegen (raffinierte Fälschungen). 2. Jodzahl erhöht. Es ist auf Nußöl oder eine Mischung von vorherrschend Erdnußfett mit etwas Cocosfett, gegebenenfalls von allen drei Fetten, zu schließen.

[1] Siehe vorstehendes Referat. — [2] Fette u. Seifen **59**, 624—630 (1957). Inst. Lebensmitteltechnol. Verpackg., München. B. Rossmann

Eine Methode der Trockenmassebestimmung in flüssigen Milchprodukten unter Verwendung von Filtrierpapier und Aluminiumfolien haben M. E. Schulz, H. Kay und G. Mrowetz[1] entwickelt. Aus zwei unlackierten Aluminiumfolien von 0,015 mm Dicke und von der Größe 150 × 190 mm wird durch Falzen an den vier Seiten ein Trocknungsbehälter geformt. Zur Aufnahme der Flüssigkeit werden weiche Papierfilter von 11 cm Durchmesser eingelegt. Vor der Verwendung wird das Folienpäckchen samt Filter in aufgeklapptem Zustand 10 min bei 105° C getrocknet und dann nach Zufalten und Abkühlen an der Luft innerhalb 10 min gewogen. Zum Einwiegen der Flüssigkeit werden Wägepipetten benutzt. Das Auftragen (etwa 3 g) geschieht tropfenweise unter gleichmäßiger Benetzung des Filters. Man trocknet bei 105° C 10 min und wiederholt diese Trocknung bis zur Gewichtskonstanz. Beim Vergleich mit der Seesandtrocknungsmethode schneidet die Filtrierpapiertrocknung hinsichtlich ihrer Genauigkeit besser ab.

[1] Milchwissenschaft **12**, 294—300 (1957). Bundesforschungsanstalt Milchwirtschaft Kiel. L. Acker

Über die analytischen Maßnahmen bei der Überwachung der Kondensmilch und Trockenmilch berichtet G. Blöchliger[1]. Verf. bespricht zunächst die notwendige Vorbereitung des Probematerials, Probeentnahme und die verschiedenen Methoden zur Bestimmung der Trockensubstanz. Bei der *Fettbestimmung* wird die Methode von Röse-Gottlieb als die genaueste angesehen, während die Methode von Gerber am raschesten zum Ziel führt. *Stickstoffsubstanz* und *Lactose* bestimmt man nach den herkömmlichen Methoden. Die Wirksamkeit der *Homogenisierung* wird durch eine Zentrifugenmethode überprüft. Zur *bakteriologischen Kontrolle* werden die Dosen bei 30°, 37° und 55° C bebrütet. Bei *gezuckerter Kondensmilch* kommen hinzu die Untersuchung auf *Lactosekristalle* und deren Messung. Weiterhin spielt die *Viscosität* eine Rolle, während die Prüfung der Homogenisierung hier entfällt, da gezuckerte Kondensmilch im allgemeinen nicht homogenisiert wird.

Für die *bakteriologische Kontrolle* ist die Keimzahl (aerob und anaerob) sowie die Prüfung auf Colibakterien wichtig. — Bei der *Trockenmilch* sind die chemischen Methoden im wesentlichen die gleichen. Hinzu kommen als physikalische Methoden die Prüfung der Fähigkeit, sich mit Wasser zu vermischen *(Benetzbarkeit)*, die Bestimmung der *Löslichkeit* und die Bestimmung des *spezifischen Gewichts* des Pulvers. Weiterhin ist die Bestimmung des *Sauerstoffgehaltes der Dose* von Bedeutung.

[1] Milchwissenschaft **12**, 300—309 (1957). Nestlé S.A., Vevey (Schweiz).

L. Acker

Eine verbesserte chelatometrische Methode zur Bestimmung von Calcium und Magnesium in Milch gibt A. A. Abd-el-Raheem[1] an. Die Schwierigkeiten, die der direkten Bestimmung in Milch entgegenstehen — hoher Gehalt an Phosphaten, Schwierigkeit der Erkennung des Endpunktes bei Verwendung von Murexid — werden vom Verf. dadurch behoben, daß die Phosphate mit Aluminiumsalz ausgefällt werden und ein *neuer Indicator, das Erio S.E.* (Geigy), für die Ca-Bestimmung gewählt wird, während die Summe Ca+Mg mit Eriochromschwarz T titriert wird. Um den Farbumschlag von Erio S. E., der von Blauviolett nach Weinrot verläuft, auch bei kleinen Ca-Mengen noch deutlich erkennen zu können, wird ein grüner Farbstoff, Naphtholgrün B, zusätzlich zugegeben, so daß jetzt der Umschlag von Tiefblau nach Weinrot erfolgt. Erio S.E. hat vor Eriochromschwarz T den Vorteil, daß es durch Schwermetallspuren nicht beeinflußt wird. Für die Bestimmung ist die von Eiweiß befreite Lösung vorzuziehen. — *Arbeitsweise. Zur Calciumbestimmung* werden 5 ml Milch mit 5 ml 20%iger Trichloressigsäure 10 min stehen gelassen und dann durch Zentrifugieren oder Filtrieren geklärt. Zu 2 ml dieser klaren Lösung fügt man 10 ml bidest. Wasser, 3 Tropfen einer 10%igen Aluminiumnitratlösung, einen kleinen Kristall Kaliumcyanid und 5 ml 0,01 m Lösung des Dinatriumsalzes der Äthylendiamintetraessigsäure. Nach Zugabe von 5 Tropfen 50%iger Natronlauge läßt man 3 min stehen, fügt bis zur deutlich blauen Färbung Erio S.E.-Indicator (0,1 g Erio S.E. + 0,17 g Naphtholgrün B + 20 g NaCl) zu und titriert den Überschuß an ÄDTA-Lösung mit 0,01 m Calciumnitratlösung bis auf Rot zurück und dann mit etwas ÄDTA-Lösung den Ca-Überschuß auf Blau. *Zur Bestimmung von Ca+Mg* werden 2 ml des klaren Serums mit etwa 10 ml Wasser verdünnt, gegen Methylrot mit konz. Ammoniak neutralisiert, mit einem Kristall Kaliumcyanid versetzt und mit 1 ml Pufferlösung (13,5 g Ammoniumchlorid + 88 ml konz. Ammoniak, auf 250 ml mit bidest. Wasser auffüllen) auf p_H 10 eingestellt. Man titriert mit ÄDTA-Lösung unter Verwendung von Eriochromschwarz T als Indicator (0,1 g Eriochromschwarz T + 20 g NaCl). Die Berechnung erfolgt nach folgenden Gleichungen: mg Ca/100 ml Milch $= (a - b) \times 40$; mg Mg/100 ml Milch $= [c - (a - b)] \times 24$; hierbei bedeuten: a = ml ÄDTA-Lösung für Ca-Bestimmung, b = ml verbrauchte Calciumnitratlösung, c = ml ÄDTA-Lösung für Ca+Mg.

[1] Nederl. Melk- en Zuiveltijdschr. **11**, 122—127 (1957). Nat. Res. Centre, Dokki, Cairo (Ägypten).

L. Acker

Eine einfache Methode zur Bestimmung von löslichem Molkenprotein geben W. K. Stone und A. H. Holmes[1] an. Verff. weisen darauf hin, daß die Menge des löslichen Proteins in der Molke einer Milch auf das angewendete *Erhitzungsverfahren* schließen läßt. Da bei höherer Erhitzung das lösliche Protein koaguliert, findet sich in der fettfreien Trockenmasse der Molke bei hocherhitzten Milchproben nur ein Bruchteil des ursprünglichen löslichen Proteins. Die für lösliches Molkeneiweiß in der fettfreien Trockenmasse der Milch von den Verff. angegebenen Werte betragen bei Rohmilch 55,51—56,14 mg/g, bei „niedrig erhitzter" Milch 43,38 bis 53,59 mg/g, bei „mittelhoch erhitzter" Milch 25,45 mg/g und bei „hocherhitzter"

Milch 7,02—11,04 mg/g. Zur *Bestimmung* des löslichen Molkenproteins in der fettfreien Trockenmasse bestimmen die Verff. zuerst die fettfreie Trockenmasse der Ausgangsmilch. Die Untersuchungsmilch wird mit dest. Wasser auf 8,0 g fettfreie Trockenmasse und 92 g Wasser eingestellt. Das Ausfällen des Caseins und des gesamten unlöslichen Proteins geschieht durch Aussalzen mit Kochsalz bei 40° C im Wasserbad. 1 ml des Filtrats (bei hocherhitzter Trockenmagermilch 3 ml) wird im Reagensglas (25 × 200 mm) auf 6 ml verdünnt und zur Ausfällung des Proteins mit 1 ml 5%iger Zinksulfatlösung und etwa 0,6 ml 0,5 n Natronlauge (die genaue erforderliche Menge muß vorher durch Titration gegen Phenolphthalein festgestellt werden) behandelt. Der Niederschlag wird zentrifugiert und mehrfach mit Wasser gewaschen. Darauf wird im Sandbad mit 0,5 ml konz. Schwefelsäure und bei Auftreten der Schwefelsäuredämpfe mit 1—2 Tropfen Perhydrol aufgeschlossen, bis die Probe wasserklar ist. Nach dem Abkühlen auf Zimmertemperatur und Auffüllen auf 35 ml mit ammoniakfreiem Wasser werden 15 ml Neßlers Reagens in das Reagensglas gegeben, 4mal umgeschüttelt und 6—8 min stehengelassen. Die Lösung soll einen p_H-Wert von 13,5—14,0 aufweisen und völlig klar sein. Es wird gegen dest. Wasser bei grünem Licht (Wellenlänge 550 mμ) photometriert. Die Werte werden einer mit $(NH_4)_2SO_4$ hergestellten Eichgeraden entnommen.

[1] Food Res. **22**, 501—508 (1957). Virginia Polytechn. Inst., Blacksburg, Va. (USA). HANNA RITZEL

Die Bestimmung von Borsäure und Benzoesäure in Eiprodukten beschreibt M. E. STAS[1]. Borsäure wird in gleicher Weise wie in Leberwurst bestimmt[2], also nach der offiziellen niederländischen Prüfmethode, jedoch unter Zufügen eines genügenden Überschusses an Natronlauge vor dem Veraschen. Bei der Untersuchung von Eiprodukten soll die vor dem Veraschen zugesetzte Menge an Natronlauge bei Vollei 1,5 ml und bei Eidotter 3 ml 8 n Lauge auf 10 g Einwaage betragen. — Die Benzoesäure wird als solche extrahiert und dann titriert: 10 g des Eierzeugnisses werden in ein 100 ml-Becherglas eingewogen und mit dest. Wasser angerührt. Die Aufschlämmung wird in einen 500 ml-Meßkolben übergeführt und auf ein Volumen von etwa 400 ml gebracht. Dann fügt man unter Umschwenken 42 ml Kupfersulfatlösung (70 g $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ zu 1 l auflösen) und in kleinen Anteilen 16 ml 1 n Natronlauge zu, wobei die Lösung noch gegen Lackmuspapier schwach sauer reagieren muß. Man stellt 30 bis 45 min in ein Wasserbad von 80 –90° C, läßt abkühlen, füllt auf und filtriert. 400 ml des Filtrats dampft man nach Zugabe von 1 n Natronlauge bis zur deutlich (gegen Phenolphthalein) alkalischen Reaktion auf 30 ml ein, wobei die Reaktion alkalisch bleiben muß. Man klärt durch Zentrifugieren (10 min) und perforiert dann nach Ansäuern mit 10 ml 25%iger Phosphorsäure mit Benzol 6 Std und nach Erneuern des Benzols nochmals 4 Std lang. Die Benzolextrakte überführt man in einen Scheidetrichter und wäscht zweimal mit je 5 ml Wasser. Dann titriert man mit 0,1 n Natronlauge und rechnet aus dem Verbrauch auf Benzoesäure um.

[1] Chem. Weekbl. **1957**, 536 –538 [Holländisch]. Rijks Inst. v. d. Volksgezondheit. — [2] STAS, M. E.: Chem. Weekbl. **52**, 839 (1956). L. ACKER

Zum Nachweis von Phosphatzusätzen in Fleisch- und Wurstwaren vermeiden K. GASSNER und G. ENDER[1] die Verwendung von Filtraten oder Auszügen mit Wasser oder Trichloressigsäure, da bei diesen Okklusionen eintreten und die ursprüngliche Phosphatzusammensetzung Veränderungen erfährt. Bei der Bestimmung der kondensierten Phosphate ist zu berücksichtigen, daß in den zur Wurstherstellung dienenden Fleischsorten Polyphosphatasen zugegen sind, die

Triphosphat, in geringerem Umfang auch Pyrophosphat zu einfachen Phosphaten aufspalten. Man kann also aus den Analysenergebnissen nicht ohne weiteres auf die ursprüngliche Zusammensetzung schließen. — *Arbeitsvorschrift.* 100 g Probe werden 2—3 mal durch den Fleischwolf mit enger Lochscheibe (⌀ 1,5 mm) getrieben, im Starmix homogenisiert, mit 20 ml 0,1 m ÄDTA-Lösung und je nach Konsistenz mit höchstens 80 ml dest. Wasser versetzt. Dieser Fleischbrei wird direkt mittels einer Spritze (Öffnung höchstens 3 mm ⌀) auf eine 5 cm vom unteren Rand der Papierbögen (Schl. & Sch. 2040a, bzw. 2043b/MGL, mit Salzsäure gewaschen, 35 × 30 cm) entfernte Startlinie gespritzt, mit Filtrierpapier zu einem 1—1,5 cm breiten Band gedrückt und die Fleischmasse abgeschabt. Chromatographiert wird etwa 16 Std mit 3 verschiedenen sauren bzw. einem alkalischen Lösungsmittel. Die sauren Lösungsmittel enthalten 80 ml Isopropanol, 5 g Trichloressigsäure, Wasser (22 ml, bzw. 40 ml, bzw. 70 ml), Ammoniak (0,2 ml, bzw. 0,3 ml, bzw. 0,3 ml). Bei dem 2. sauren Lösungsmittel sind außerdem noch 40 ml Cellosolve (Äthylenglykolmonomethyläther) zugesetzt, während das 3. saure Lösungsmittel, das zur Charakterisierung höher kondensierter Polyphosphate Verwendung findet, 20 ml Cellosolve und 40 ml Dioxan enthält. Zur Prüfung auf ringförmige Phosphate eignet sich das alkalische Lösungsmittel (40 ml Isopropanol, 20 ml Isobutanol, 40 ml Wasser, 1 ml konz. Ammoniak). Es wird jedoch empfohlen, zur Vermeidung von Störungen beim alkalischen Chromatogramm die Probe statt mit Wasser mit 5%iger Trichloressigsäure zu homogenisieren und anschließend zu neutralisieren. — Nach dem Trocknen bei Zimmertemperatur schneidet man das Chromatographierpapier in 1,5 cm breite Streifen und besprüht jeden 2. Streifen mit salpetersaurer Ammoniummolybdatlösung. (20 g Ammoniumsulfat werden mit 60 ml konz. Salpetersäure in 160 ml Wasser gelöst, dazu gibt man eine Lösung von 60 g Ammoniummolybdat in 160 ml Wasser und filtriert.) Nach nochmaligem Trocknen entstehen bei Behandlung mit Natriumpyrosulfitlösung (28,8 g Natriumpyrosulfit, 1 g Natriumsulfit und 0,1 g Metol in 100 ml Wasser) an den Stellen der Phosphate blaue Flecke. Zum Vergleich wurde vor dem Auftragen der Wurstmasse links Pyro- und Tripolyphosphat sowie ein Phosphatglas (62% P_2O_5), rechts Kurrolsches Salz neben natürlichem Orthophosphat auf das Papier gebracht. Die jeweils zusammengehörigen Phosphatzonen schneidet man bei den nicht angefärbten Streifen heraus, schneidet sie in kleine Teile, extrahiert mit 5%iger Trichloressigsäure und bestimmt den Phosphatgehalt photometrisch.

[1] Dtsch. Lebensmittel-Rdsch. **53**, 228—234 (1957). Chem. Werke Albert, Wiesbaden-Biebrich/Rhein. HANNA RITZEL

Ein chemisches Verfahren zur Histaminbestimmung in Thunfischkonserven wird von O. S. SAGER und W. HORWITZ[1] beschrieben. Der ansteigende Gehalt von Histamin ist ein Zeichen zunehmender Verderblichkeit für Fischkonserven. — *Ausführung.* Man verrührt 10 g Thunfisch im schnell laufenden Mischgerät 2 min lang mit 50 ml Methanol, überführt in ein 100 ml-Kölbchen und digeriert 15 min im Wasserbad bei 60° C, füllt nach dem Abkühlen mit Methanol auf und filtriert durch ein Faltenfilter. 5 ml des Filtrates verdünnt man mit Wasser auf 100 ml, gibt 5 ml davon in ein 150 × 16 mm-Glasstopfengläschen, fügt 1 Tropfen Benzaldehyd und 0,2 ml 20%ige Natronlauge zu (so daß der p_H-Wert 12,4—12,5 beträgt), läßt nach 25maligem Umschütteln 2 min stehen und versetzt mit 5 ml Benzol/n-Butanolmischung (3 + 2; v/v). Nach kräftigem Umschütteln läßt man 5 min stehen (bei Emulsionsbildung wird zentrifugiert) und gibt dann die obere Schicht unter Vermeidung der wäßrigen Phase durch eine feine Spitze auf eine vorbereitete Ionenaustauschersäule. [Diese wird mit etwa 50 mg CAS (cotton acid succinate) beschickt und 3 mal mit 15 ml Wasser und

2 mal mit 3 ml Alkohol gewaschen. CAS bereitet man durch Lösen von 5 g wasserfreiem Natriumacetat und 40 g Bernsteinsäureanhydrid in 300 ml Essigsäure, Zusetzen von 10 g in Streifen geschnittener Watte und 48stündigem Erhitzen dieser Mischung auf 100° C in mit einem Trockenrohr verschlossenem Kolben; nach Filtration, Waschen mit Wasser, Salzsäure (1 + 9), Wasser und schließlich Alkohol trocknet man das Produkt im Vakuum bei 100° C.] Der wäßrige Anteil wird nochmals mit 5 ml Benzol-Butanol ausgeschüttelt und wie angegeben weiter behandelt. Man wäscht die Säule mit 3 ml Alkohol, saugt ab, wäscht dann 2 mal mit 3 ml Wasser und saugt wieder ab. Das Histamin eluiert man sodann aus der CAS-Säule mit genau 2 ml 0,40 ± 0,02 n Schwefelsäure in einen 25 ml Glasstopfen-Erlenmeyer, wäscht mit 3 ml Wasser nach, kühlt das Eluat im Eisbad 5—10 min lang, versetzt mit 0,5 ml frisch hergestelltem gekühltem Diazoniumreagens [10 ml 0,1%ige p-Nitranilinlösung in 0,1 n Salzsäure + 1 ml 4%ige $NaNO_2$-Lösung, eisgekühlt] und kühlt noch 5 min. Dann gibt man genau 0,50 ml Pufferlösung (7,15 g $NaBO_2$ + 5,7 g Na_2CO_3 in Wasser zu 100 ml) mit Ostwaldpipette unter ständigem Rühren zu (p_H-Wert 5—6), beläßt weitere 5 min im Eisbad, sättigt die Lösung mit gepulvertem Borax (etwa 0,25 g), schüttelt ($p_H \sim 8{,}6$) und läßt wiederum 15 min im Eisbad stehen. Dann gibt man 5 ml Methylisobutylketon zu und schüttelt 25 mal um. Nach Umfüllen in ein 150 × 16 mm-Gläschen läßt man 10 min bei Zimmertemperatur stehen und überführt die obere Schicht in ein zweites Glasstopfengläschen, das 5,0 ml Barbitalpuffer enthält [10 g Na-Barbital in 1 l Wasser, mit etwa 25—30 ml Essigsäure (1 + 15) auf p_H 7,7 gebracht]. Man schüttelt wieder 25 mal, läßt 10 min stehen und mißt die obere Schicht bei 475 mμ gegen Methylisobutylketon. Bei Werten über 25 μg darf statt der 5 ml nur 1 ml der Methanollösung auf 100 ml mit Wasser verdünnt werden. Zum Vergleich wird eine Histaminstandardlösung verwandt, von der 1 ml 5 μg Histamin entspricht. Mit 5 ml dieser Standardlösung wird der gleiche Arbeitsgang durchgeführt. Gleichfalls wird eine Blindwertsbestimmung vorgenommen. An 82 Proben wurde die Brauchbarkeit der Methode, auch im Vergleich mit der biologischen Methode nachgewiesen.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 892—904 (1957). Dep. Health, Educat., Welfare, Washington, D.C. (USA). B. Rossmann

Vitamine. *In einem Bericht über die Bestimmung von Vitamin A in Margarine* kommt K. Morgareidge[1] zu der Feststellung, daß die chromatographische Methode mit 2 Säulen aus verschieden behandeltem Al_2O_3 der Einsäulen-Methode vorzuziehen ist. Da jedoch die Zweisäulen-Methode für Routineuntersuchungen etwas zeitraubend ist, wurde geprüft, ob sich die Beschaffenheit des Aluminiumoxyds so standardisieren läßt, wie es für eine gute Reproduzierbarkeit der Einsäulenmethode erforderlich ist. Hierzu wurden folgende Faktoren in ihrer Einflußnahme studiert: Darstellungsweise von Al_2O_3, Partikelgröße, Hitzebehandlung zur Minderung der Aktivität, Alkalibehandlung, Feuchtigkeitsgehalt. Die Untersuchungen haben gezeigt, daß es nicht möglich ist, ein geeignetes, standardisiertes, alkalisches Al_2O_3-Präparat zu erhalten. Es wird daher die Frage gestellt, ob es sinnvoll ist, die Bemühungen in dieser Richtung fortzusetzen, besonders im Hinblick auf die bisherigen Erfolge mit der Zweisäulen-Methodik.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **38**, 688—692 (1955). Food Res. Lab., Long Island City, N. Y. (USA). L. Acker

Die Methoden zur Bestimmung von Vitamin B_{12} unterzieht J. M. Wattenberg[1] theoretisch und experimentell einer kritischen Prüfung. Die chemischen und

physikochemischen Bestimmungsmethoden sind nur für praktisch reine Vitaminkonzentrate brauchbar. Zur Bestimmung niedriger Konzentrationen in biologischem Material kommen nur mikrobiologische Verfahren in Betracht. Als zur Zeit genaueste Verfahren werden die Bestimmung mit E. coli und die Bestimmung mit Euglena gracilis empfohlen (51 Literaturzitate).

[1] An. Real. Acad. Farmac. **23**, 363—386 (1957). IRMGARD PFITZER

Zur colorimetrischen Bestimmung von Rutin haben J. DAVÍDEK und J. FRAGNER[1] seine Farbreaktion mit diazotierter p-Aminobenzoesäure ausgenutzt. Es entsteht dabei eine rotbraune Färbung, die bei der Wellenlänge von 420 mμ meßbar ist und bis zur Konzentration von 28 μg/ml dem Lambert-Beerschen Gesetze entspricht. In Gemischen mit anderen Flavonoiden ist es nötig, die papierchromatographische Verteilung im System n-Butanol + Essigsäure + Wasser (4:1:2,2) durchzuführen. Die Eluierung erfolgt mit Methylalkohol + 0,2 n Salzsäure (1:1). — *Ausführung.* 1 ml 0,5%ige p-Aminobenzoesäurelösung in 10%iger Schwefelsäure wird in einen 25 ml-Meßkolben pipettiert, mit 2 ml 0,2%iger Natriumnitritlösung versetzt und bis zum Verschwinden der gelben Färbung gerührt. Dann gibt man so viel einer methanolischen Rutinlösung zu, daß die Endkonzentration etwa 2—28 μg/ml beträgt. Man mischt gut durch, macht mit 5 ml 10%iger Natriumhydroxydlösung alkalisch und füllt bis zur Marke mit Wasser auf. Die Messung wird in 1 cm-Küvetten bei 420 mμ gegen eine Blindlösung (dieselben Komponenten ohne Rutin) durchgeführt.

[1] Československ. Farmac. **6**, 449—450 (1957) [Tschechisch]. (Mit russ., engl. u. dtsch. Zus.fass.) Forsch. Inst. f. Nahrungsmitteltechnologie Prag. Z. STEJSKAL

Zur Bestimmung von Spuren von Äthylenoxyd an damit begasten Lebensmitteln wie roher Copra, Copramehl und Kokosnußöl benutzt J. H. BENEDICT[1] die Reaktion mit Magnesiumbromid:

$$MgBr_2 + H_2SO_4 \rightarrow MgSO_4 + 2\,HBr;\quad HBr + \underset{\diagdown O \diagup}{CH_2—CH_2} \rightarrow HO—CH_2—CH_2—Br.$$

Zur *Durchführung* werden 400 g der Probe in einen 3 l-Dreihalskolben mit Gaseinleitungsrohr und Kühler gegeben. An den Kühler schließen zwei Vorlageröhrchen mit je 20 ml Magnesiumbromidlösung (500 g in 1 l 0,02 n Schwefelsäure gelöst) an. Es wird Luft durch die Apparatur gesaugt, die in zwei Waschflaschen — die eine mit 40%iger Natronlauge, die andere mit Wattepfropfen gefüllt — vorgereinigt wird. Mit einem Gasmesser wird der Luftstrom auf 1—1,5 l/min reguliert. Nach 1 Std gibt man 2 l frisch abgekochtes, heißes dest. Wasser zur Probe, mischt gründlich durch und saugt noch 1,5 Std Luft unter Erwärmung des Kolbens hindurch. Danach gibt man in jedes Vorlageröhrchen 3 Tropfen 0,1%ige Bromkresolgrünlösung und titriert mit 0,02 n Natronlauge. Bei Grünfärbung werden die Röhrchen verschlossen und umgeschwenkt, so daß die Wände abgespült werden. Dann wird tropfenweise bis zum ersten Auftreten deutlich blauer Farbe titriert. Ein Blindversuch wird mit 20 ml Magnesiumbromidlösung und 3 ml Wasser durchgeführt. — Bei Versuchen mit künstlich zugesetztem Äthylenoxyd werden über 90% wiedergefunden. In Handelsproben von roher Copra werden unter 4,5 ppm, in Kokosnußöl werden nur zum Teil, aber nicht über 1,5 ppm und in Copramehl gar kein Äthylenoxyd gefunden.

[1] J. Amer. Oil Chemist's Soc. **34**, 450—452 (1957). Miami Valley Labs., Cincinnati, Ohio (USA). B. ROSSMANN

2. Analyse von Materialien der Industrie, des Handels und der Landwirtschaft

Zur Bestimmung der Feuchtigkeit und des Kristallwassers in Gipsproben und Superphosphaten empfehlen S. Harel und A. Talmi[1] die azeotrope Destillation mit Benzol und Xylol in einer Apparatur nach Dean und Stark. Im Gips wird bei der Destillation mit Benzol nur das als Feuchtigkeit gebundene Wasser erfaßt, während mit Xylol die gesamte Wassermenge (Feuchtigkeit und Kristallwasser) azeotrop destilliert. In Superphosphat wird auch ein Teil des Kristallwassers mit Benzol extrahiert. Durch Zugabe von Calciumcarbonat kann diese Extraktionswirkung jedoch weitgehend zurückgedrängt werden. — *Ausführung.* Die *Gipsprobe* mit einem Wassergehalt von etwa 5—10 ml wird in der Destillationsapparatur mit Benzol bzw. Xylol 35—40 min bei einer Rückflußgeschwindigkeit von 90 bis 120 Tropfen/min erhitzt. Die extrahierte Wassermenge kann an der graduierten Vorlage direkt abgelesen werden. Der Kristallwasseranteil ergibt sich aus der Differenz der beiden Destillationsergebnisse. — Zur Bestimmung der Feuchtigkeit in *Superphosphaten* versetzt man 40 g der Probe mit 5 g trockenem Calciumcarbonat, gibt 130 ml Benzol zu und destilliert 40 min bei der angegebenen Rückflußgeschwindigkeit. Die Destillation mit Xylol wird in üblicher Weise (ohne Calciumcarbonat) durchgeführt.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1694—1697 (1957). Fertilizers & Chemicals, Ltd., Haifa (Israel). K. Machner

Dünger. *Eine flammenphotometrische Methode zur Bestimmung von Kalium in Kunstdünger*, die für laufende Kontrollanalysen brauchbar ist, beschreibt P. H. Martens[1]. Zunächst untersucht der Verf. den Einfluß von Natrium, Magnesium, Calcium, Chlorid-, Sulfat- und Phosphationen und kann zeigen, daß lediglich die Gegenwart von Calcium und Phosphationen stört. Neben einer Eichkurve für eine reine KCl-Lösung zwischen 0 und 100 mg K_2O/l wird eine Korrekturmethode für die störenden Ionen angegeben. Für konstante Summen $K_2O+CaO+P_2O_5$ legt der Verf. je ein Diagramm in Dreieckskoordinaten an, in das die Kurven gleicher Kaliumintensität und gleicher additiver Korrekturgröße eingetragen sind. Für die Summen von 25; 50; 100 und 250 mg/l sind diese Diagramme abgebildet. — *Analysengang.* Man löst 2,5 g Substanz in siedendem Wasser, füllt nach dem Abkühlen auf 250 ml auf, rührt um und filtriert. Im Filtrat werden nach konventionellen Methoden die Gehalte an Calcium und Phosphat bestimmt. Danach wird das Filtrat soweit verdünnt, daß der Kaliumgehalt zwischen 25 und 100 mg/l liegt und flammenphotometrisch zunächst ohne Korrektur bestimmt werden kann. Dann wählt man das Dreieckssystem, das der gefundenen Summe $K_2O+CaO+P_2O_5$ am besten entspricht, normiert durch einfache Verhältnisbildung die analysierten Gehalte, sucht die zugehörige Korrekturgröße auf und geht mit der korrigierten Photometerablesung wieder in die Eichkurve ein. — Der Verf. benutzte für seine Untersuchung ein Lange-Filterphotometer und als Heizgas für die Flamme ein Leuchtgas-Luftgemisch (4 cm Wassersäule Leuchtgas, 0,3 atü Luftdruck). Der maximale Fehler liegt bei 6,5%, die Reproduzierbarkeit bei $\pm$ 2,78%.

[1] Chim. analytique **39**, 361—365 (1957). Inst. agronomique de l'Etat, Gembloux (Belgien). F. Rosendahl

Die „Siebanalyse" von Mischdüngern (Bestimmung der Gewichtsanteile, die oberhalb von Sieben bestimmter Maschenweite verbleiben) bietet nach J. G. A. Fiskell und V. Chew[1] eine schnelle Möglichkeit ihre Zusammensetzung zu schätzen. Die Bestandteile der Mischdünger werden zunächst einzeln der „Siebanalyse"

unterworfen. Aus den Zahlen der Einzeldünger werden die Werte der Mischdünger errechnet. Fehlerstatistische Abweichungen von diesen errechneten Werten sind bei den verschiedenen Siebgrößen typisch für phosphorsäurehaltige und phosphorsäurefreie Mischdünger. Sie sind ähnlich denen, die im Stickstoff und Kaligehalt nach der chemischen Analyse auftreten.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 936—948 (1957). Univ. Gainesville, Fla. (USA).
W. Grütz

Phosphorbestimmung in Düngemitteln. Die von H. R. Allen[1] beschriebene Methode zur Bestimmung des verwertbaren Phosphors in Düngemitteln wird vom Verf. selbst etwas abgeändert[2], damit sie auch für Produkte, die *Calciummetaphosphat* enthalten, angewandt werden kann. Die wasser- bzw. citratlöslichen Anteile filtriert man mit einem Hirsh-Trichter durch Saugen direkt in einen 500 ml-Meßkolben, gibt zu je 50 ml der Lösung 10 ml Salpetersäure (1 + 1), kocht 10 min, läßt über Nacht warm stehen, kühlt und fällt mit der Molybdatlösung wie beschrieben[1].

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **36**, 872 (1953); vgl. dazu H. R. Allen, E. Swift, R. Hays und Z. F. Kaufman; vgl. diese Z. **140**, 393 (1953). — [2] Allen, H. R.: J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 992—993 (1957). Kentucky Agric. Exper. Stat., Lexington, Ky. (USA). G. Denk

Die photometrische Bestimmung der Gesamt- und citratunlöslichen Phosphorsäure in Düngemitteln nach der Vanadomolybdatmethode verglichen E. A. Epps jr. und K. D. Jacob[1] mit der offiziellen maßanalytischen Methode[2]. In 66 Vergleichsuntersuchungen ergab die Vanadomolybdatmethode bei der Bestimmung der Gesamtphosphorsäure in 88% und bei der citratunlöslichen Phosphorsäure in 63% der Fälle niedrigere Werte als die offizielle Methode.

[1] J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 700—711 (1957). Agric. Exper. Stat., Baton Rouge, La. und U.S. Dep. Agric., Beltsville, Md. (USA). — [2] Association of the Official Agricultural Chemists, Official Methods of Analysis, 8. Aufl., 1955, S. 9—10.
W. Grütz

Boden. M. Puffeles und N. E. Nessim[1] haben *einen Vergleich zwischen den flammenphotometrischen und chemischen Bestimmungsmethoden für Natrium und Kalium in Boden, Pflanzen, Wasser und Serum* durchgeführt. Zur Deutung der auftretenden erheblichen Abweichungen beobachten sie zunächst einmal die Beeinflussung der flammenphotometrischen Ergebnisse durch die Gegenwart von Calcium- und Phosphationen. Die Natriumintensität für 10 ppm Natrium wird durch 500 ppm Calcium um etwa 50% angehoben und die Kaliumintensität für 10 ppm Kalium um etwa 4% bei 10000 ppm Calcium. Der Phosphateinfluß ist negativ, und zwar werden die Kaliumwerte stärker verfälscht als die Natriumwerte. Werden für diese Einflüsse geeignete Korrekturen angebracht und außerdem die experimentell bestimmten Verluste bei der chemischen Analyse berücksichtigt, so können die Verff. eine Übereinstimmung der Meßergebnisse innerhalb rund 4% relativ nachweisen. Die Untersuchungen wurden mit einem Flammenphotometer der „Evans Electroselenium Ltd." durchgeführt, wobei als Brennergas ein Butan-Luftgemisch gebraucht wurde.

[1] Analyst **82**, 467—474 (1957). Ministry Agric., Tel-Aviv (Israel).
F. Rosendahl

Ammoniakstickstoff läßt sich *in Böden* nach P. Ferry und H. Blachère[1] bequem durch das Mikrodiffusionsverfahren bestimmen. Das Ammoniak wird aus dem Bodenextrakt mit Magnesiumoxyd freigemacht und nach der Diffusion mit Natriumphthalat, Nitroprussidnatrium und Hypochlorit zur Reaktion gebracht.

Die Konzentration der entstehenden gefärbten Verbindung wird colorimetrisch gemessen. Die Bestimmungsfehler betragen im Mittel 4%. — *Ausführung.* Man schüttelt die Bodenprobe 30 min mit einer 2n Calciumchloridlösung, bringt 1 ml der filtrierten Lösung mit 0,5—25 μg Ammoniakstickstoff in das Diffusionsgefäß, fügt etwa 50 mg MgO hinzu, mischt und läßt über Nacht in etwa 1n Schwefelsäure diffundieren. Dann spült man die Säure mit 2 ml bidest. Wasser in einen 5 ml-Meßkolben, gibt unter jedesmaligem Umschütteln 0,5 ml Natriumphenolatlösung (5 g Phenol + 2,5 g NaOH in 100 ml), 0,5 ml 0,1n Dinatriumphosphatlösung (p_H 12), 0,5 ml 0,0005% ige, frisch bereitete Natriumnitroprussiatlösung und 0,1 ml Natriumhypochloritlösung (4% aktives Chlor) hinzu. Nun verdünnt man zur Marke und mißt nach 30 min die Extinktion bei 620 mμ gegen eine Vergleichslösung von $CaCl_2$ (110 g/l). — Die Diffusionszelle besteht aus einer runden, gut verschlossenen Dose, die innen einen konzentrischen Wulst hat. In den dadurch abgeschlossenen Teil kommt die Substanz und das Magnesiumoxyd, in den äußeren 1n Schwefelsäure. Das Ammoniak diffundiert dann durch den Gasraum in die Säure.

[1] Ann. Inst. nat. Rech. agronom., Ser. A, 8, 111—118 (1957). Station centr. d'Agronomie, Versailles (Frankreich). G. Denk

Bestimmung von Phosphorsäure im Boden. Zur Reinigung der für die P_2O_5-Bestimmung dienenden Aktivkohle (Holzkohle) von Phosphorsäurespuren empfiehlt M. H. Bertheux[1] Kochen mit Salzsäure und nachfolgende Behandlung mit Natriumsulfat und Schwefelsäure. — *Arbeitsweise.* 150 g der Kohle werden mit 1,5 l konz. Salzsäure 3 Std im abgedeckten Becherglas gekocht und häufig umgerührt. Nach Verdünnung mit dem gleichen Volumen an Wasser filtriert man (Whatman Nr. 540) und wäscht die Kohle im Filter mit heißem Wasser säurefrei. Man wiederholt das Auskochen nochmals und wäscht danach chlorfrei. Dann versetzt man mit 150 ml einer Lösung, die im Liter 70 g Na_2SO_4 und 15 ml konz. Schwefelsäure enthält, sowie mit 1350 ml Wasser und kocht 1 Std. Man filtriert, wäscht säurefrei und wiederholt auch dieses Auskochen. Nach Filtration wäscht man sulfatfrei und trocknet bei 105° C.

[1] Chem. and Ind. **1957**, 1183—1184. Univ. Achimota, Accra, Ghana (Afrika). W. Grütz

Zur Bestimmung der löslichen Sulfate im Boden behandelt P. R. Hesse[1] den Bodenextrakt mit Eisen(III)-hydroxyd, um kolloidale organische Stoffe, welche die Bariumsulfatfällung stören, zu entfernen. — *Arbeitsweise.* Man mischt 15 ml des Bodenextraktes, gewonnen nach L. Chesnin und C. H. Yien[2], mit 1 ml 5% iger $FeCl_3 \cdot 6H_2O$-Lösung, fügt tropfenweise unter Rühren 40% ige Natronlauge zu, filtriert und säuert das Filtrat mit 1 ml Eisessig an.

[1] Analyst **82**, 710—712 (1957). Agric. forest. Res. Organis., Kikuyu, Kenia (Ostafrika). — [2] Proc. soil Sci. Soc. Amer. **15**, 149 (1950). W. Grütz

Eine Verbesserung der Bestimmung des aktiven (= assimilierbaren) Mangans in Böden erreicht R. Bittel[1] dadurch, daß er die Extraktion mit einem Acetatpuffer vornimmt, dessen p_H-Wert dem der jeweiligen Bodenprobe angepaßt wird. — *Ausführung.* 10 g des Bodens schüttelt man 30 sec mit 20 ml einer Pufferlösung (siehe unten), die 0,2% Hydroxylammoniumchlorid enthält, läßt 60 sec stehen, filtriert, gibt zu einem aliquoten Teil des Filtrats $^1/_4$ seines Volumens an 52,8% iger Salpetersäure und zerstört durch kurzes Kochen das Hydroxylamin. Nach der Oxydation mit Perjodat wird die Konzentration an Mangan colorimetrisch gemessen. Der Fehler der Bestimmung liegt unter 5%. — Die *Pufferlösung* wird aus 50 ml 2m Natriumacetatlösung und soviel 1n Essigsäure bereitet, daß nach dem

Verdünnen mit Wasser auf 100 ml ihr p_H-Wert möglichst gleich dem p_H-Wert des Bodens wird; diesen bestimmt man, indem man 10 g des getrockneten und gesiebten Bodens 30 sec mit 10 ml 0,02 m KCl-Lösung schüttelt und nach 1 min die Messung mittels der Glaselektrode vornimmt.

[1] Ann. Inst. nat. Rech. agronom., Sér. A, 8, 91—109 (1957). Conservat. Nat. Arts et Métiers. G. Denk

Die spektrometrische Bestimmung von Eisen- und Calciumchelaten wendet D. G. Hill-Cottingham[1] in der *Bodenanalyse* an. Bei einer Wellenlänge von 258 mμ und einem p_H-Wert von 2—6 zeigt Eisenchelat (Fe-ÄDTA) das Maximum der Absorption, wobei weder Calcium noch das freie Reagens, wohl aber Metalle wie Kupfer, Nickel oder Mangan störend wirken können. In Böden dominiert jedoch das Calcium. Deshalb ist die Methode brauchbar, um Eisenchelat in kalkhaltigen Böden zu kontrollieren. Calciumchelat wird dadurch bestimmt, daß man es mit einem Eisenüberschuß in Eisenchelat umwandelt und als solches mißt. Chelate anderer Metalle können in gleicher Weise bestimmt werden. Die Chelate des Eisens mit anderen Komplexbildnern zeigen für die spektrophotometrische Analyse unterschiedliche optimale Bedingungen in der Wellenlänge und im p_H-Bereich.

[1] Soil Sci. 84, 43—49 (1957). Long Ashton Res. Station, Bristol W. Grütz

Zur Bestimmung von Kieselsäure und Aluminium in dem mit 5%iger Kalilauge bereiteten Bodenauszug empfehlen I. Szabolcs und A. Szeder[1] die Anwendung colorimetrischer Verfahren, die bedeutend schneller ausführbar sind, als die bisher benutzten gravimetrischen Bestimmungen. Der Auszug wird aus 5 g Boden mit 100 ml 5%iger Kalilauge auf dem heißen Wasserbad bereitet und heiß durch ein Filter mittlerer Durchlässigkeit in einen 200 ml-Meßkolben filtriert. 20 ml der Lösung, welche wegen der organischen Substanzen stark gefärbt ist, werden in einem 100 ml-Meßkolben mit etwa 0,5 g Aktivkohle versetzt, aufgefüllt und geschüttelt. Die farblose, klare Lösung wird zur Bestimmung von Kieselsäure nach dem Verdünnen auf 100 ml mit 1 g Ammoniummolybdat versetzt und mit 5 ml 10%iger Salzsäure angesäuert. Die gelbe Farbe des erhaltenen Silicomolybdatkomplexes wird nach 10 min mit einer 0,53%igen Kaliumchromatlösung verglichen. Die zur Einstellung der Farbengleichheit verbrauchten Milliliter der Kaliumchromatlösung geben den Kieselsäuregehalt an. In einem zweiten Lösungsanteil wird Aluminium mit Aluminon (Aurintricarbonsäure) in bekannter Weise photometrisch bestimmt. Die Methode ist zur Analyse degradierter Alkaliböden von Bedeutung.

[1] Agrokém. és t.alajtan 6, 51—54 (1957) [Ungarisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Agrochem. Forsch.-inst., Budapest (Ungarn). J. Plank

Die chemische Zusammensetzung des Benzoleluates eines Benzol-Methanol-Bodenextraktes aus einer Silicagelsäule untersuchen W. G. Meinschein und G. S. Kenny[1]. — *Arbeitsweise.* 150 g Boden werden 6 Std mit 150 ml Benzol-Methanolgemisch (10 + 1) geschüttelt und danach zur Aufhebung der Emulsion mit 10 ml Wasser versetzt. Nicht mehr als 100 ml der Lösung werden filtriert und bei 40° C durch eingeblasene Luft zur Trockene eingedampft. 30—50 mg des so gewonnenen Bodenextraktes, in 5 ml Benzol-Methanolgemisch (10 + 1) gelöst, kommen auf die Silicagelsäule von 17—19 cm Länge und 9 mm Durchmesser mit 9 g Silicagel, welches vorher mit 3 ml n-Heptan behandelt worden ist. Anschließend wird mit je 15 ml n-Heptan, Tetrachlorkohlenstoff, Benzol und Methanol eluiert,

die Fraktionen werden getrennt gesammelt und bei 40° C getrocknet. Die qualitative oder halbquantitative Untersuchung des Benzoleluates durch Infrarotspektroskopie in Verbindung mit Hydrierung und Harnstoffanlagerung ergibt die Anwesenheit von Wachsen, wie sie in Bienenwachs vorkommen. Die Wachse sind aus normalen aliphatischen Säuren und normalen primären aliphatischen Alkoholen und Sterolen aufgebaut. Außerdem werden Pentan und hexacyclische Verbindungen gefunden, welche wahrscheinlich Triterpene sind.

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1153—1161 (1957). Magnolia Petroleum Co. Field Res.-Lab. Dallas, Texas (USA). W. GRÜTZ

4. Analyse von biologischem Material

Aminosäuren. *Eine verbesserte Glasapparatur zur Bestimmung von α-Aminosäuren mit Ninhydrin* haben A. L. KRETCHMAR und G. C. KYKER[1] konstruiert. Die Apparatur (Abb. 1) besteht aus dem eigentlichen Reaktionsgefäß (Höhe 10,0 cm; äußerer Durchmesser 22 mm) und einem aufgeschliffenen Aufsatz, der mit einem hochvakuumdichten Absperrhahn versehen ist (die Abbildung zeigt die Apparatur bei geschlossenem Hahn). Der Seitenarm ist eine Capillare mit einem inneren Durchmesser von 2 mm. Seine Neigung zur Waagerechten beträgt annähernd 12 Grad. Die Vorteile der Apparatur werden diskutiert.

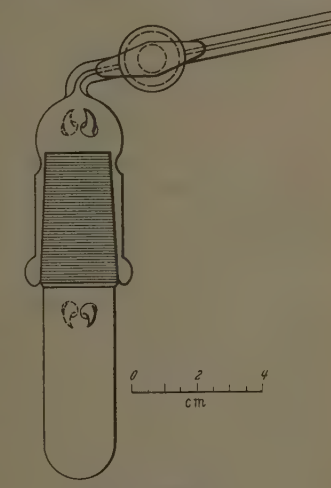

Abb. 1. Glasapparatur zur Ninhydrinbestimmung von α-Aminosäuren nach KRETCHMAR und KYKER

[1] Arch. Biochem. Biophysics **70**, 454—456 (1957). Oak Ridge Inst. Nucl. Stud., Tenn. (USA). K. MACHNER

J. W. H. LUGG und E. MCEVOY-BOWE[1] weisen darauf hin, daß es für umfangreiche Versuchsreihen notwendig ist, folgende *papierchromatographische Arbeitsbedingungen* zu standardisieren: 1. Fleckgröße beim Aufgeben der Substanzlösung auf das Papier, 2. Zusammensetzung der mobilen und stationären Phasen bei der zweidimensionalen Papierchromatographie, sowie Arbeitstemperatur, 3. die Basizität und Zusammensetzung der zur Entwicklung verwendeten Ninhydrinlösung und 4. Feuchtigkeit und Temperatur im Chromatographiergefäß. Das zur Messung der Farbintensität verwendete Densitometer erwies sich mit runder Öffnung brauchbarer als mit spaltförmiger.

[1] Nature (London) **179**, 1076 (1957). Univ. Singapore (Malaya). D. JENTZSCH

Nach Untersuchungen von H. W. RAUTENBURG[1] haben *Sulfat- und Selenationen* einen großen Einfluß auf die R_f-*Werte basischer Aminosäuren* und des *Histamins*. Bei der papierchromatographischen Untersuchung von unvorbehandelten Harnen treten z. B. bei Verwendung des Entwicklungsgemisches n-Butanol/Eisessig/Wasser = 4 : 1 : 2 zwei scharf abgegrenzte Flecke für *Histidin* auf, die den R_f-Werten 0,21 und 0,15 entsprechen. Mit steigender Sulfatkonzentration im Harn wird schließlich nur noch $R_f = 0{,}15$ gefunden. Auch Lysin, Arginin und Histamin

zeigen die Erniedrigung der R_f-Werte, nicht dagegen Imidazol, Glykokoll, Alanin, Serin, Threonin, Valin, Leucin, Isoleucin, Cystin, Methionin, Phenylalanin, Tryptophan, Asparaginsäure und Glutaminsäure. Außer dem Sulfation ist nur noch das Selenation in gleicher Weise wirksam. Die Anfärbung des Histidins erfolgte mit dem Paulyschen Diazo-Reagens. Zur quantitativen Auswertung wurde mit Diazobenzolsulfosäure (1%ig wäßrig + gleiches Volumen 96%iger Alkohol) beidseitig mit Zwischentrocknung gefärbt. Anschließend wurde noch mit 10%iger wäßriger Sodalösung doppelseitig besprüht. Die quantitative Auswertung geschah photoelektrisch bei 535 mμ mit gereinigtem Anisol als Transparenzmittel.

[1] Biochem. Z. **329**, 255—260 (1957). Inst. f. Med. u. Biologie, Akad. Wiss., Berlin-Buch. B. Rossmann

Zur quantitativen Bestimmung der Aminosäurezusammensetzung des Kartoffeleiweißes empfiehlt A. Kastell[1] das nachstehende papierchromatographische Verfahren. Tryptophan, das bei der salzsauren Hydrolyse zerstört wird, wird gesondert bestimmt. Zur Entfernung des Rohfetts wird das Probematerial zunächst mit Äther extrahiert. 1. Tryptophan. Eine 1—10 mg Tryptophangehalt entsprechende Menge Probe wird in einem 100 ml-Meßkolben mit 10 ml H_2O aufgeschlämmt und mit 40 ml Nitriergemisch (100 ml 70%ige Schwefelsäure + 60 ml 25%ige Salpetersäure) versetzt. Nach 10 min wird unter häufigem Umschütteln 1 Std im siedenden Wasserbad erl itzt. Nach Abkühlen und Auffüllen mit 70%iger Schwefelsäure wird durch Glasfilter G 2 filtriert und die Extinktion bei 420 mμ gegen Nitriersäure + 70%ige Schwefelsäure 1 : 1 gemessen. — 2. Hydrolyse. Eine 0,5—1,0 g Rohproteingehalt entsprechende Substanzmenge wird in einem 1 Liter-Rundkolben mit 60—250 ml halbkonz. Salzsäure 10 Std am Rückfluß gekocht. Nach Eindampfen im Vakuum und Vertreiben der Salzsäure wird der Trockenrückstand in heißem Wasser gelöst und durch ein Faltenfilter filtriert. Nach Auswaschen mit heißem Wasser wird wieder im Vakuum eingedampft. Der Rückstand wird in 10%igem Isopropylalkohol gelöst und auf 50 ml aufgefüllt. — 3. Der Stickstoff wird nach Kjeldahl im Ausgangsprodukt, im Hydrolysat und im Filtrationsrückstand bestimmt. - 4. Die Papierchromatographie erfolgt absteigend auf Schl. & Sch.-Papier 2043 b. Zur Chromatographie werden die Papiere mit Pufferlösungen getränkt und anschließend getrocknet. Es werden folgende Pufferlösungen verwendet: p_H 1,0: 50 ml 0,2 m KCl + 97 ml 0,2 m HCl; p_H 6,2: 80 ml 0,067 m KH_2PO_4 + 20 ml 0,067 m Na_2HPO_4; p_H 8,4: 50 ml 0,067 m H_3BO_3 und KCl + 8,55 ml 0,067 m NaOH; p_H 12,0: 50 ml 0,067 m Na_2HPO_4 + 50 ml 0,067 m NaOH. — Die Entwicklung wird mit frisch destilliertem Phenol oder Kresol vorgenommen. Sie dauert 40 Std. Zur Bestimmung des Lysins und Arginins wird 100 Std entwickelt, wobei das Lösungsmittel unten abtropft. Die im Luftstrom vorgetrockneten Papierstreifen werden noch 30 min bei 105° C nachgetrocknet. Zum Anfärben der Chromatogramme dient 0,5%ige Ninhydrinlösung in 93%igem wassergesättigtem n-Butanol + 7% Eisessig. Nach Phenolentwicklung (p_H 1) wird 0,5%ige Ninhydrinlösung in n-Butanol benutzt, die mit einer aus 2 n Essigsäure und 1 n Natronlauge (1 : 1) bestehenden Pufferlösung gesättigt ist. Nach dem gleichmäßigen Durchtränken trocknet man 20 min bei 105° C. Zur quantitativen Bestimmung werden die Flecken ausgeschnitten und mit 5 ml Methanol eluiert. Nach $^1/_2$ Std wird die Extinktion bei 570 mμ gemessen. Man kann auch die Flecken zur Messung in die Kupferkomplexe überführen[2]. Man gibt zu 1 ml einer gesättigten Kupfernitratlösung 0,2 ml 10%ige Salpetersäure und füllt mit 95%igem Methanol auf 100 ml auf. Mit dieser Lösung werden die Chromatogramme von beiden Seiten bis zum Umschlag des Farbtones von Violett nach Lachs- bis Ziegelrot besprüht. Die ausgeschnittenen Flecke werden wieder mit 5 ml Methanol eluiert; die Extinktion wird bei 505 mμ gemessen. Bei

allen Versuchen läßt man Lösungen bekannten Gehaltes verschiedener Konzentrationen mitlaufen. Für Cystein, Histidin und Methionin wird ein Anfärben in zwei Stufen empfohlen.

[1] Mikrochim. Acta (Wien) **1957**, 689—698. Landw.-ehem. Bundesvers.-anst. Wien. — [2] KAWERAU, E., u. TH. WIELAND: Nature (London) **168**, 77 (1951); vgl. diese Z. **154**, 236 (1957). B. ROSSMANN

Zur Bestimmung von Aminosäuren als 3-Phenyl-2-thiohydantoinderivate gibt J. SJÖQUIST[1] eine Methode der Mikrosynthese dieser Verbindungen. Die Synthese verläuft in 2 Stufen und ist durch folgende Gleichungen charakterisiert:

$$C_6H_5NCS + H_2N \cdot CHR \cdot COOH \xrightarrow{p_H\ 8—10} C_6H_5NH \cdot CS \cdot HN \cdot CHR \cdot COOH \quad (I)$$

$$C_6H_5NH \cdot CS \cdot HN \cdot CHR \cdot COOH \xrightarrow{H^+} C_6H_5 \cdot N(CS)(CO)NH\text{-}CH(R) + H_2O \quad (II)$$

I = Phenylthiocarbaminyl-(PTC)aminosäure;
II = Phenylthiohydantoin-(PTH)derivat.

Die optimalen Bedingungen werden ermittelt. Die PTH-derivate besitzen im UV-Licht eine hohe Extinktion, sie sind leicht löslich in organischen Lösungsmitteln und gestatten daher eine gute Trennung von anorganischen Salzen, außerdem können sie direkt zur N-Aminosäureendbestimmung benutzt werden. — *Ausführung.* Um Verhältnisse zu schaffen, wie sie bei salzsauren Eiweißhydrolysaten vorliegen, löst man die Aminosäure in 0,1 n Salzsäure und gibt soviel wie etwa 0,5 μMol entspricht (10—100 μg) in ein durchsichtiges, gut gereinigtes Quarzröhrchen (100×8—9 mm), verdampft vorsichtig im Exsiccator über Kaliumhydroxyd zur Trockne, versetzt den Rückstand mit einigen Tropfen Wasser und wiederholt den Abdampfvorgang 2mal, um den Salzsäureüberschuß zu entfernen. Den Trockenrückstand nimmt man in 50 μl frisch bereiteter Pufferlösung (siehe unten) auf und setzt 50 μl einer Lösung von 6 μl im Vakuum destilliertem Phenylisothiocyanat in 1 ml frisch destilliertem Aceton zu. (Das Phenylisothiocyanat soll etwa den 2fach molaren Überschuß haben.) Nach dem Mischen beläßt man bedeckt $2^1/_2$ Std im Wasserbad von 25° C und trocknet im Exsiccator über Phosphorpentoxyd zuerst 15 min an der Wasserstrahlpumpe, hierauf 2 Std bei 0,01 mm Hg unter Verwendung einer Kühlfalle. Dadurch werden alle Reagentienüberschüsse entfernt. Einen Blindwert ohne Aminosäure behandelt man genauso. Zur Cyclisierung zum PTH-Derivat setzt man zum Trockenrückstand 100 μl Wasser und 200 μl Chlorwasserstoff-Eisessig (siehe unten) zu und läßt gut bedeckt 6 Std im Wasserbad bei 25° C stehen. Das Lösungsmittel wird dann in derselben Weise, wie oben beschrieben, im Exsiccator über Kaliumhydroxyd entfernt. Man nimmt in 95%igem Äthanol auf und mißt die Extinktion bei 269 mμ. (Der Alkohol darf bis hinunter zu 225 mμ keine wesentliche Absorption zeigen.) Die PTH-Derivate besitzen ein Minimum bei etwa 245 mμ und ein Maximum bei etwa 269 mμ. Die molaren Extinktionskoeffizienten der PTH-Derivate von 19 Aminosäuren sind in einer Tabelle zusammengestellt. Die Extinktion ist eine lineare Funktion der Konzentration. Mit Ausnahme von Serin (82,6%, aber konstant) werden die Aminosäuren zu 95,5—108,4% wieder gefunden. — *Pufferlösung* (p_H 10,1). 2,00 ml 2 n Essigsäure und 1,20 ml Triäthylamin (das kurz vor Gebrauch mit 5 g/100 ml Phthalsäureanhydrid in der Widmer-Kolonne destilliert wurde) werden mit Wasser

auf 25 ml aufgefüllt und mit dem gleichen Volumen Aceton versetzt. — *Chlorwasserstoff-Eisessig.* Eisessig p.a. wird destilliert (KP 118° C) und im Quarzgefäß bei Raumtemperatur mit trockenem Chlorwasserstoff gesättigt. — Es wird nur glasdestilliertes Wasser benutzt.

[1] Ark. Kemi **11**, 129—135 (1957). Univ. Lund (Schweden).

E. Müller, Würzburg

In einer weiteren Mitteilung gibt J. Sjöquist[1] eine Arbeitsvorschrift für die quantitative Analyse der in Eiweißhydrolysaten vorkommenden Aminosäuren in Form ihrer 3-Phenyl-2-thiohydantoine (PTH). Die Trennung erfolgt chromatographisch, die Endbestimmung UV-spektrophotometrisch. — *Ausführung.* Man bringt 100 oder 200 μl einer Verdünnung von Rinderserumalbumin die 0,15 bzw. 0,31 mg Albumin entsprechen, in je ein Quarzröhrchen wie es zur Mikrosynthese benutzt wird, und dampft im Vakuum über Phosphorpentoxyd zur Trockne ein. In jedes Röhrchen kommen 0,2 ml 2mal aus Glas destillierte 6 n Salzsäure. Man füllt mit Stickstoff, schmelzt zu und beläßt 22 Std bei 110° C. Nach dem Abkühlen öffnet man die Röhrchen, entfernt die Salzsäure im Vakuumexsiccator über Kaliumhydroxyd wie oben angegeben. Mit dem Trockenrückstand läßt sich dann die Mikrosynthese durchführen. Die Trennung des PTH-Gemisches erfolgt an einer Celite-Säule (8 × 500 mm), die mit einer automatischen Auswertung bei 269 mμ kombiniert ist, wofür Verf. eine Apparatur entwickelt hat (Abbildung im Original), deren Verbindungen nur aus ungefetteten Kugelschliffen bestehen. Ein Wassermantel erlaubt die Einhaltung konstanter Temperatur (25° C). Die für die automatische Registrierung benutzte Apparatur[2] und die erforderliche Präzisionsflüssigkeitspumpe[3] wurden früher beschrieben. Genaue Einzelheiten möge man daher dort und im Original einsehen. Es gelangen verschiedene Lösungsmittelsysteme zur Anwendung: einmal für „Säule I" zuerst 250 ml Heptan + 100 ml Propionsäure + 5 ml Äthylenchlorid + 30 ml Wasser, wovon die untere Schicht (78 ml) die stationäre und die obere Schicht die mobile Phase bildet, und dann 85 ml Heptan + 5 ml Propionsäure + 10 ml Äthylenchlorid (nur eine Phase); zum anderen für „Säule II" zuerst das gleiche Gemisch wie für „Säule I" und dann nach der Gradientenmethode zusätzlich 58 ml Heptan + 17 ml Propionsäure + 25 ml Äthylenchlorid. Der Wechsel der Lösungsmittel erfolgt bei beiden Säulen, nachdem PTH-Phenylalanin eluiert wurde; die Durchlaufgeschwindigkeit beträgt immer 15,0 ml/Std. Die Trennung von PTH-Arginin und PTH-Histidin erfolgt papierchromatographisch im absteigenden Verfahren. Als Lösungsmittel dient eine Mischung aus 40 ml Heptan + 30 ml n-Butanol + 9 ml 75%ige wäßrige Ameisensäure in Ameisensäureatmosphäre. Nach 15 min langem Trocknen bei 100° C lokalisiert man durch Fluorescenz. Die R_f-Werte betragen für PTH-Histidin 0,37 und für PTH-Arginin 0,46. Die Papierstücke mit den Substanzen eluiert man mit 70%igem Äthanol und ermittelt darin die Werte bei 269 mμ. Die Leucine werden nicht getrennt, und Serin findet man nur zu 40—41,5% sowie Threonin zu 71,5—72,5% wieder. Die anderen Aminosäuren werden zu 95—101% wieder gefunden. Der Materialbedarf beträgt etwa 10 μg jeder Aminosäure. Elutionsdiagramme und Tabellen sind der Arbeit beigegeben.

[1] Ark. Kemi **11**, 151—160 (1957). Univ. Lund (Schweden). — [2] Sjöquist, J., C.-E. Ryberg u. R. Svensson: Kungl. fysiogr. Sällsk. Lund Förh. **26**, Nr. 13 (1956). — [3] Edman, P., H. Funk u. J. Sjöquist: Kungl. fysiogr. Sällsk. Lund Förh. **26**, Nr. 12 (1956).

E. Müller, Würzburg

Über die Trennung der Racemate von Histidin und Tryptophan im Papierchromatogramm berichten V. Klingmüller und L. Maier-Sihle[1]. In Durchlaufchromatogrammen auf Bogen von 80—120 cm Länge werden die D-, DL- und die

L-Form nebeneinander aufgetragen. Die Cellulosefaser des Papiers bildet das asymmetrische Milieu. Als Lösungsmittel dient Methanol—Wasser (9:1), die Laufzeit beträgt 17—47 Std. Beim Tryptophan läuft die D-Form und beim Histidin die L-Form schneller. Die Racemate werden also gespalten.

[1] Hoppe-Seylers Z. physiol. Chem. **308**, 49—50 (1957). Physiol.-chem. Inst. Univ. Hamburg. EVA NEUHAUS

Eine Methode zur Ultramikrobestimmung des Gesamtstickstoffes von Polypeptiden und Aminosäuren, die mit der Papierchromatographie oder Papierelektrophorese isoliert worden sind, teilen P. BAUDET und E. CHERBULIEZ[1] mit. Das Prinzip der Methode beruht auf der Zerstörung der organischen Substanz mit Schwefelsäure, die 0,2% $HgCl_2$ enthält (KJELDAHL) im geschlossenen Capillarröhrchen bei 450° C und Bestimmung des Ammoniaks mit Ninhydrin durch Messen der Extinktion bei 540 mμ. 1—8 μg Stickstoff können in 10 μl Eluat auf etwa $\pm$ 2%

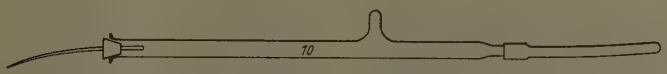

Abb. 1. Mikropipette nach SANZ in $^1/_4$ Größe; an der linken Seite die Polyäthylencapillare mit Inhaltsmarkierung für 10 μl ($\pm$ 0,3%)

genau bestimmt werden. — *Ausführung.* Man überführt 10 μl Eluat mit der Mikropipette von M. SANZ (Abb. 1) in ein Glasbecherchen von 8 mm innerem Durchmesser, macht mit 10 μl 0,1 n Natronlauge alkalisch und läßt bei 15 Torr über KOH eintrocknen, um flüchtige Amine (Ammoniak, Pyridin) zu entfernen. Den Rückstand nimmt man in 10 μl Zersetzungsreagens (siehe unten) auf und läßt die Lösung schnell (NH_3 in Luft!) durch Capillarwirkung von der Spitze her in einem beiderseits offenen Capillarrohr (0,6—0,7 mm Innendurchmesser, 120 mm Länge) aufsteigen. Durch leichtes Aufstoßen bringt man den Flüssigkeitsfaden ($\sim$ 25 mm) in die Mitte der Capillare und verschmilzt das flache Ende im Sauerstoffgebläse. Nachdem man in der Handzentrifuge den Flüssigkeitsfaden ans zugeschmolzene Ende getrieben hat, verschmilzt man die Spitze und erhitzt 30 min oder länger in einem elektrischen Ofen auf 450 $\pm$ 2° C, bis der Inhalt farblos geworden ist. Durch abermaliges Zentrifugieren bringt man den Inhalt jetzt in den spitzen Teil, reinigt das Röhrchen in 0,01 n Natronlauge und trocknet durch Rollen auf Chromatographierpapier. Die Capillare wird dann in $^2/_3$ Höhe über der Spitze schräg angefeilt, geöffnet und mit der Öffnung nach unten in ein vorher mit 0,01 n Natronlauge gereinigtes Pyrex-Zentrifugenglas ohne Rand von 15 $\times$ 180 mm gebracht. Die schräge Bruchstelle der Capillare ermöglicht nach 3 min langem Zentrifugieren bei 1500 U/min das Austreten der Flüssigkeit in das Zentrifugenglas und macht ein Zurücksteigen unmöglich. Mit der Bürette gibt man 2 ml Ninhydrinreagens (siehe unten) in das Zentrifugenglas, bedeckt mit einem Aluminiumschälchen, erhitzt 15 min im siedenden Wasserbad und kühlt dann 10 min in fließendem Wasser. Nach Zusatz von 5 ml einer Mischung aus gleichen Teilen 96%igem Alkohol und Wasser mißt man nach Mischen die Extinktion bei 540 mμ. Ein Blindansatz ohne Eluat läuft mit. Mit passenden Einsätzen für die Zentrifugengläser lassen sich in 5 Std 50 Bestimmungen durchführen. — *Zersetzungsreagens.* Man löst 1 g Quecksilber(II)-chlorid in 250 ml Wasser und gießt unter Rühren und Kühlen 250 ml Schwefelsäure (D 1,89) in die Lösung (vor NH_3 schützen!). — *Ninhydrinreagens.* Man löst 500 mg Ninhydrin und 25 mg Hydrindantin, das nach S. MOORE und W. STEIN[2] hergestellt wird, in 17,5 ml peroxyd-

freiem Methyläthylcellosolve; nach dem Lösen setzt man 7,5 ml Acetatpufferlösung zu. Die Lösung wird kirschrot, sie soll kurz vor Gebrauch angesetzt werden. — *Acetatpuffer*, p_H 5,4. Man löst 1088 g krist. Natriumacetat in 800 ml Wasser und 200 ml Eisessig. Die Lösung verdünnt man mit Wasser auf 3 Liter. Die Pufferlösung ist dann 2,7 m an Acetat.

[1] Helv. chim. Acta **40**, 1612—1620 (1957). — [2] J. biol. Chemistry **211**, 907 (1954); vgl. diese Z. **148**, 305 (1955/56). E. Müller, Würzburg

Zur colorimetrischen Bestimmung von SH-Gruppen in Eiweißverbindungen unter Verwendung von p-Chlormercuribenzoat als Reagens haben I. Fridovich und P. Handler[1] die von P. D. Boyer[2] angegebene photometrische Methode umgearbeitet. Die SH-Gruppen von Proteinen reagieren mit p-Chlormercuribenzoat unter Bildung von Mercaptiden. Das überschüssige Reagens kann anschließend mit Diphenylthiocarbazon (Dithizon) zur Reaktion gebracht und photometrisch bestimmt werden. — *Ausführung.* Zur Bestimmung von p-Mercuribenzoat mit Dithizon werden 1,0—10 ml der neutralen oder sauren Reagenslösungen (siehe unten), die 0,005—0,050 μMol p-Mercuribenzoat enthalten, mit 4,0 ml Dithizonlösung (4,0 mg in 100 ml Tetrachlorkohlenstoff) 1 min kräftig geschüttelt. Nach Trennung der Phasen mißt man die Extinktion der organischen Schicht bei 625 mμ. Ein Blindversuch wird entsprechend durchgeführt. — *Bestimmung von Cystein.* 1,0 bis 5,0 ml der neutralen oder schwach sauren Probelösung mit einem Sulfhydrylgehalt von 0,005—0,050 μMol werden mit 0,15 ml Reagenslösung versetzt, die 0,070 μMol p-Mercuribenzoat enthält. Man mischt gut durch, gibt 4,0 ml der Dithizonlösung zu, schüttelt kräftig 60 sec und mißt die Extinktion der organischen Phase bei 625 mμ. Zwei Blindversuche werden durchgeführt (dabei wird einmal an Stelle der Reagenslösung, das andere Mal an Stelle der Probelösung die entsprechende Wassermenge eingesetzt). Für jede Untersuchungsreihe wird gleichzeitig eine Eichkurve aufgestellt. An Hand dieser Eichkurve wird ausgewertet. — *Bestimmung von SH-Gruppen in Proteinen.* Man versetzt 0,70 ml der p-Mercuribenzoatlösung mit 0,5 ml 1,0 m Kaliumphosphatpufferlösung (p_H 7,0), 0,5 ml 0,50 m K_2SO_4-Lösung, 1,1 ml Wasser und 0,70 ml Probelösung, die etwa 0,25 μMol Sulfhydryl enthält. In bestimmten Abständen nach Zugabe der Probelösung wird in aliquoten Teilen (0,50 ml) des Reaktionsgemisches das überschüssige p-Chloromercuribenzoat bestimmt (dadurch wird der Reaktionsverlauf verfolgt). Man versetzt jeweils 4,0 ml eisgekühlte Dithizonlösung mit den aliquoten Teilen des Reaktionsgemisches, schüttelt kräftig und beendet die Analyse in der beschriebenen Weise. Die Eichkurve wird mit einer Cystein-Standardlösung aufgestellt. Das beschriebene Verfahren zeigt gute Übereinstimmung mit der von P. D. Boyer[2] angegebenen Methode. — *Reagenslösung.* Man löst 16,2 mg p-Chlormercuribenzoat (hergestellt nach F. C. Whitmore und G. E. Woodward[3]) in Wasser unter Zugabe einiger Tropfen Alkali, fügt 10,0 ml 1,0 m Kaliumphosphatpufferlösung (p_H 7,0) und 5,0 ml 0,50 m K_2SO_4-Lösung hinzu, verdünnt mit Wasser auf 100 ml und bestimmt den Reagensgehalt dieser Stammlösung nach Boyer[2].

[1] Analyt. Chemistry **29**, 1219—1220 (1957). Duke Univ. School of Medicine, Durham, N. C. (USA). — [2] J. Amer. chem. Soc. **76**, 4331 (1954). — [3] Organic Syntheses, Coll. Vol. I, p. 159, Wiley, New York, 1941. K. Machner

Namen- und Sachverzeichnis des 162. Bandes

Namenverzeichnis

([Or] bedeutet Originalabhandlung, [L] Literaturbesprechung)

A.B.C.M.-S.A.C. Committee, Bestimmung des Sauerstoffverbrauches von Wasser 380

Abd-el-Raheem, A. A. Bestimmung von Calcium und Magnesium in Milch 450

Abdine, H., siehe Flaschka, H.

Abel, L. L., Levy, B. B., Brody, B. B. und Kendall, F. E. Bestimmung von Gesamtcholesterin in Serum 311

Abrahams, P., siehe Charalampous, F. C.

Abreu, L. A., siehe Ribeiro, L. P.

Abreu, R. R., siehe Ribeiro, L. P.

Adams, jr. E. C., Burkhart, C. E. und Free, A. H. Spezifität des Glucoseoxydasetestes für Uringlucose 308

Adler, I., siehe Axelrod, J. M.

Akagi, M. und Tejima, S. Mikrobestimmung von Dulcin 303

Allen, H. R. Phosphorbestimmung in Düngemitteln 456

Allen, H. R., Swift, E., Hays, R. und Kaufman, Z. F. Bestimmung von Phosphat in Düngemitteln 456

Allmark, M. G., siehe Manell, W. A.

Almásy, M., siehe Morvay, J.

Alpar, S. R. Trennung von Fettsäuren 292

Amaral, J. R., siehe Feigl, F.

D'Ambrusio, M., siehe Forbes, G. B.

Anderson, R. L., und Bancroft, T. A. Fehler chemisch-analytischer Methoden 199

Andreasen, E. Magnesiumbestimmung in Serum und Urin 225

Andrew, G., siehe Irving, H.

Andrew, T. R., und Gentry, C. H. R. Spektralphotometrische Bestimmung von Rhenium 66

Aprison, M. H., und Nathan, P. Biologische Bestimmung von Acetylcholin in kleinen Stücken frischen Gehirngewebes 232

Archibald, R. M. Bestimmung von Harnsäure 320

Armbruster, O., und Beiss, U. Papierchromatographie von Phosphatiden 397

Arribas-Jimeno, S. Prüfung auf Anionen in der qualitativen Analyse 375

Artigas, J., siehe Buscaróns, F.

Ashby, R. O., und Roberts, M. Mikrobestimmung von Calcium in Blutserum 225

Asselineau, J. Anwendung der Chromatographie zur Trennung und Identifizierung organischer Säuren 364

Audran, R., und Reutenauer, G. Anordnung in der Papierchromatographie 44

Auer, H., siehe Fischer, R.

Auerswald, W., und Doleschel, W. Quantitative Bestimmung von Serum-Lipoproteinen 308

Augustat, S., siehe Ulmann, M.

Auterhoff, H., und Lohmann, V. Über die Perjodatreaktion in der pharmazeutischen Analyse 209

Averell, P. R., und Norris, M. V. Bestimmung von E 605 152

Awe, A., und Stohlmann, H. Bromatometrische Bestimmung von Kreislaufmitteln 212. — Maßanalytische Bestimmung von Chloramphenicol 302

Axelrod, J. M., und Adler, I. Bestimmung von Caesium und Rubidium in Glimmer, Feldspat und Beryll 158

Baily, P. Colorimetrische Bestimmung von Eisen als Thiocyanat 131

Bain, G. H., siehe Perry, J. A.

Bains, G. S., siehe Kapur, N. S.

Baker, G. D., siehe Beher, W. T.

Balis, E. W., siehe Fagel jr., J. E.

Ballczo, H., und Weisz, H. Empfindlicher Fluornachweis 435

Bancroft, T. A., siehe Anderson, R. L.

Bandaruk, W., siehe Simard, R. G.

Bandelin, F. J., siehe Pankratz, R. E.

Bandqvist, N. Bestimmung von Harnstoff und Methylolharnstoffen 141

Banes, D. Analyse von Rauwolfia serpentina 222. — Colorimetrische Bestimmung von Digitoxin und Gitoxin in Tabletten 214. — Siehe auch Carol, J.

Bankmann, E., und Specker, H. Vergleichende Untersuchungen zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid mit organischen Lösungsmitteln 18 [Or]
Banks, Ch. V., und O'Laughlin, J. W. Spektralphotometrische Rutheniumbestimmung mit 1,10-Phenanthrolin 437
Baraud, J. Jodometrische Bestimmung von Aminostickstoff in Aminosäuren und Eiweißstoffen 233
Barker, F. B., und Thatcher, L. L. Radiumbestimmung in natürlichen Wässern 380. — Siehe auch Thatcher, L. L.
Barney II, J. E., und Bertolacini, R. J. Photometrische Chloridbestimmung 63. — Siehe auch Bertolacini, R. J.
Baron, D. N., und Bell, J. L. Komplexometrische Titration von Calcium mit Mischindicator 225
Barrollier, J. Sichtbarmachung von ungesättigten Lipoiden auf Papier und histologischen Schnitten 315
Basset, M., und Martin, G. Mikrobestimmung von Bor mit Chromotrop 2 B[1] 78
Battles, W. R. Bestimmung von Schwefel in Erdöldestillaten 294
Baudet, P., und Cherbuliez, E. Ultramikrobestimmung des Gesamtstickstoffs von Polypeptiden und Aminosäuren 463
Bayer, E., Reuther, K.-H., und Born, F. Gaschromatographische Trennung von Aminosäureestern 366
Bayer, I., und Posgay, E. Perchlorsäuretitration als Arzneibuchmethode 300
Bayer, J. UV-spektrophotometrische Bestimmung von Mutterkornalkaloiden 220
Beck, J. C., siehe Norman, N.
Becker, H., siehe Dirr, K.
Beerthuis, R. K. Grundzüge gasverteilungschromatographischer Trennverfahren 366
Beet, E. A., und Belcher, R. Endpunktsbestimmung bei der Schwefelbestimmung in Kohle 75
Beher, W. T., Parsons, J., und Baker, G. D. Debye-Scherrer-Diagramme und Infrarotspektren zum Nachweis von Sterinen und Digitoniden 316
Beiss, U., siehe Armbruster, O.
Belcher, R., und Bhatty, M. K. Bestimmung von Ammoniak 376
Belcher, R., Bhatty, M. K., und West, T. S. Submikrobestimmung von Alkoxylgruppen in organischen Verbindungen 439
Belcher, R., West, T. S., und Williams, M. Submikrobestimmung von Stickstoff in organischen Verbindungen 376. — Siehe auch Beet, E. A. sowie Kolthoff, I. M.
Bell, J. L., siehe Baron, D. N.
Belovic, B., siehe Heumann, W. R.
Benedict, J. H. Bestimmung von Spuren Äthylenoxyd in begasten Lebensmitteln 454
Benito-Potous, A., siehe Burriel-Martí, F.
Bentley, G. A., und Shaw, F. H. Bestimmung von Acetylcholin 232
Berenblum, I., und Chain, E. Bestimmung von Phosphaten 230
Berg, E. W., siehe Sen, B.
Berg, H. Nachweis von Proteinen neben Nucleinsäuren 307
Bermejo-Martínez, F., und Prieto Bouza, A. Photometrische Bestimmung von Molybdän als Molydän(V)-Rhodanidkomplex 126. — Bestimmung von Molybdän in Stahl 386
Bermes, E. W., siehe McDonald, H. J.
Bernard, M., siehe Kaufmann, H. P.
Bernardi, G. C., siehe Bonauguri, E.
Bertheux, M. H. Bestimmung der Phosphorsäure im Boden 457
Bertolacini, R. J., und Barney II, J. E. Bestimmung von Sulfat 63. — Siehe auch Barney II, J. E.
Berton, A. Anwendung und Aufbau einfacher Photometer im infraroten und ultravioletten Spektralbereich 288
Bessey, O. A., Lowry, O. H., Brook, M. J., und Lopez, J. A. Bestimmung von Vitamin A 319
Bézier, D., siehe Charlot, G.
Bhatia, D. S., siehe Kapur, N. S.
Bhatty, M. K., siehe Belcher, R.
Bighi, C., siehe Cavallaro, L.
Bitancourt, A. A., siehe Schwarz, K.
Bittel, R. Bestimmung des aktiven bzw. assimilierbaren Mangans im Boden 457
Blachère, H., siehe Ferry, P.
Blachly, F. E., siehe Goff jr., H.
Black, R. H., und Lemieux, P. E. Spektrochemische Analyse von nichtmetallischen Materialien in der Aluminiumindustrie 158
Blanquet, P., Meyniel, G., Mounier, J., und Tobias, C. A. Schnelle und exakte Trennung von anorganischem Jod und jodhaltigen Aminosäuren 236

Blasius, E., und Göttling, W. Ein Kationentrennungsgang auf papierchromatographischer Grundlage 423 [Or]
Blöchliger, G. Analytische Maßnahmen bei der Überwachung der Kondensmilch und Trockenmilch 449
Bobtelsky, M., und Rafailoff, R. Mikroheterometrische Bestimmung von Wismut mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 56
Bock, R., und Herrmann, M. Röntgen-Emissionsspektralanalyse 362
Bode, H., und Fabian, H. Organische, mit Wasser nicht mischbare Lösungsmittel in der Flammenphotometrie. — Die Bestimmung des Kupfers nach Extraktion als Innerkomplexverbindung 328 [Or]
Le Boeuf, J., siehe Braid, P. E.
Bogan, E. J., und Moyer, H. V. Bestimmung von Schwefel-35 399
Bohn, H., siehe Fischer, F. G.
Boldingh, J., und Drost, J. R. Bestimmung von Vitamin A in Margarine 72
Boman, H. G., und Westlund, L. E. Chromatographie von Eiweißstoffen an Ionenaustauschern 238
Bonauguri, E., und Bernardi, G. C. Über die thermische Analyse von organischen Verbindungen und die Anwendung dieser Analysenmethode bei Isomeren-Systemen 241 [Or]
Bonnar, R. U., Dimbat, M., und Stross, F. H. Mikroebulliometer 288
Borchert, O. Bestimmung von Eisen, Calcium, Zink und Phosphorsäure in Phosphatierungsbädern 290
Born, F., siehe Bayer, E.
Bose, J. C., Srinivasulu, K. und Rao Bh. S. V. Raghava, Gossypin — A Colorimetric Reagent for Beryllium 93 [Or]
Bose, M. Reaktion von Diphenylcarbazid und Diphenylcarbazon mit Vanadium(V)-salzen 123
Bose, S. Maßanalytische Bestimmung von Formaldehyd in Gegenwart von Ammoniumsalzen 441
Boudène, C., siehe Fabre, R.
Bouten, J., Verbeek, F., und Eeckhaut, J. Polarographische Bestimmung von Thallium 121
Bouzková, J., siehe Vavruch, I.
Bovay, E., und Cossy, A. Bestimmung von Bor in borhaltigen Düngemitteln 160
Bovee, H. H., und Robinson, R. J. Genaue Endpunktsbestimmung bei der Titration von Sulfat mit Bariumchlorid 125
Boyer, P. D. Bestimmung von Sulfhydrylgruppen in Eiweißverbindungen 464
Bräse, G., siehe Zimmermann, G.
Braid, P. E., und le Boeuf, J. Bestimmung von Spuren Lindan in der Luft 379
Brake, L. D., McNabb, W. M., und Hazel, J. F. Spektralphotometrische Bestimmung von Nickel neben Kobalt 131
Braverman, M. M., siehe Jacobs, M. B.
Brdička, R. Polarographische Technik zur Erkennung von Proteinen 307
Brecher, C., siehe Vieböck, F.
Breyer, B., und Hacobian, S. Tensammetrische Bestimmung von Wolfram 61
Březina, M., und Zuman, P. Die Polarographie in der Medizin, Biochemie und Pharmazie 222 [L]
Bricker, C. E., und Parker, G. H. Gravimetrische Bestimmung von Magnesium mit ÄDTA 118. — Siehe auch Waterbury, G. R.
Brindle, H., Carless, J. E., und Woodhead, H. E. Papierchromatographische Trennung der Mutterkornalkaloide 221
Britton, H. T. S. Hydrogen Ions. Their Determination and Importance in Pure and Industrial Chemistry 281 [L]
Brodie, B. B., siehe Peterson, R. E.
Brody, B. B., siehe Abel, L. L.
Brofazi, F. R., siehe Manganelli, R. M.
Bronk, L. B., siehe Fagel jr., J. E.
Brook, M. J., siehe Bessey, O. A.
Brouhon, N., siehe Maquinay, A.
Brown, E. G., und Hayes, T. J. Colorimetrische Untersuchung von Waschmitteln 80
Brown, K. D., siehe Helbert, J. R.
Brown, R. H., Duda, G. D., Korkes, S., und Handler, Ph. Bestimmung kleiner Mengen Ammoniak neben Amiden im Rattengewebe und im menschlichen Plasma 396. — Siehe auch Wagner, C. D.
Brown, W. G., siehe Craig, I. T.
Browne, J. S. L., siehe Norman, N.
Bruce, R. B., und Howard, J. W. Bestimmung von Diphenyl und Thioharnstoff in Orangenschalen 446
Brukl, A., und Rossmanith, K. Spektralanalytische Bestimmung von Sa-

marium in Europium und von Neodym und Europium in Samarium 120
Brunisholz, G. Chromatographische Trennung der Seltenen Erden mit Äthylendiamintetraessigsäure 432
Brusset, H., siehe Laffitte, P.
Bryan, H. A., und Dean, J. A. Flammenphotometrische Chrombestimmung aus wäßrigen Lösungen 126
Bryce, W. A., siehe Ryce, S. A.
Buben, F., Körbl, J., und Přibil, R. Wertbestimmung von Calciumdinatrium-äthylendiamintetraacetat 211
Bucek, W., siehe Roberts, H. R.
Büchi, J., und Schumacher, H. Reinheitsnachweis und Auftrennung der Strychnos-Alkaloide 222. — Siehe auch Kapoor, A. L.
Büchner, M., siehe Dolze, K.
Buehler, M. H., siehe Dean, J. A.
Bulandr, J., siehe Doležil, M.
Bunim, J., siehe Peterson, R. E.
Burger, M., siehe Kägi, J.
Burkhart, C. E., siehe Adams jr., E. C.
Burr jr., J. G. Tracer Applications for the Study of Organic Reactions 132[L]
Burriel-Martí, F., Ramírez-Muñoz, J., und Benito-Potous, A. Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium, Kalium und Calcium 76
Burton, J. M., siehe Randall, W. A.
Buscaróns, F., und Artigas, J. Photometrische Bestimmung von Chromat 60
Bush, I. E. Bestimmung von Corticosteron 318
Bussmann, A. Bestimmung von Phosphat, Kalium, Calcium, Magnesium, Zink, Eisen und Mangan in Apfelholz und Apfelblättern 393
Butler, L. O., James, D. W. F., und Treherne, J. D. Neues Gerät für die Elektrophorese nach Tiselius 46
Butler, L. O., und Stewart, A. M. Konstruktion eines Gerätes für die Elektrophorese nach Tiselius 46
Buu-Hoï, N. P., und Jacquignon, P. Adsorbentien bei säulenchromatographischer Abtrennung polycyclischer, aromatischer oder heterocyclischer Verbindungen 310
Byrne, J. T. Fluorimeter zur Uranbestimmung 288

Cadigan jr., J. B., siehe Gaensler, E. A.
Cahnmann, H. J. Desaktiviertes Silicagel in der Säulenchromatographie 282
Camber, B. Charakterisierung und Bestimmung von einfachen und steroidischen Aldehyden und Ketonen 444
Cameron, W. M., und Moore, T. B. Einfluß von Chlorid bei der Bestimmung organischer Substanzen bzw. des adsorbierten Sauerstoffs 153
Cannan, R. K., siehe Troll, W.
Capindale, J. B., und Tomlin, D. H. Massenspektrometrische Analyse von Stickstoff durch Überführung des Stickstoffs organischer Substanzen in Ammoniak 200
Capitán-García, F. Spektrophotometrische Nomenklatur 363
Carioto, R. A., siehe Manell, W. A.
Carless, J. E., siehe Brindle, H.
Carlier, J. Spektralphotometrische Bestimmung der Sauerstoffsättigung des Hämoglobins und des Sauerstoffgehaltes des Blutes vom Hund 397
Carol, J. Bestimmung von Äthinyltestosteron in Arzneimitteln 214
Carol, J., Banes, D., Wolff, J., und Fallscheer, H. O. UV-spektrophotometrische Untersuchung der Rauwolfia serpentina 222
Carr, M. H., und Frank, H. A. Calciumbestimmung in Blut und Urin 226
Carson jr., W. N., Vanderwater, J. W., und Gile, H. S. Bestimmung geringer Plutoniummengen 129
Cartoni, G. P., siehe Liberti, A.
Cassidy, H. G. Fundamentals of Chromatography 39 [L]
Cats, H., siehe Hoeke, F.
Cavallaro, L., Bighi, C., und Trabanelli, G. Kontinuierliches Verfahren der Elektrochromatographie 49
Chain, E., siehe Berenblum, I.
Chakrabartty, M. M., siehe Majumdar, A. K.
Challis, H. J. G., und Jones, J. T. Bestimmung von Zinn in Titan und Titanlegierungen 384
Charalampous, F. C., und Abrahams, P. Enzymatische Bestimmung von myo-Inosit 311
Charlot, G. L'analyse qualitative et les réactions en solution 280 [L]
Charlot, G., und Bézier, D. Analyse quantitative minérale 39 [L]. — Methodes électrochimiques d'analyse 39 [L]
Chatten, L. G., siehe Milne, J. B.
Chepelevetskii, M. L. Spektrophotometrische Endpunksbestimmung bei der Fluoridbestimmung mit Thoriumnitratlösung 130

Cherbuliez, E., siehe Baudet, P.
Chesnin, L., und Yien, C. H. Bestimmung der löslichen Sulfate im Boden 457
Chew, V., siehe Fiskell, J. G. A.
Chiao, T.-T., und Thompson, A. R. Dichten und Refraktionsindices von Glykol-Wasserlösungen 292
Chiccarelli, F. S., Woolford jr., M. H., und Trombitas, R. W. Colorimetrische Bestimmung von Chlortetracyclin in Nahrungsmittelzusätzen, Tierarzneimitteln und Futterkonservierungsmitteln 149
Christie, J. H., siehe MacIntyre, W. J.
Ciavatta, L., siehe Liberti, A.
Číhalík, J., und Šimek, J. Polarographie wasserfreier Essigsäure 53
Číhalík, J., Šimek, J., und Růžička, J. Polarographisches Verhalten von Thallium, Cadmium, Kupfer, Uran und Palladium 54
Claeys, A. Gravimetrische Bestimmung von Wolfram in Wolframatlösungen 127
Clapp, R. C., siehe Dateo, G. P.
Clark, G. L., und Liu, C. H. Porositätsbestimmung durch monochromatische Röntgenbestrahlung 203
Clemency, Ch., siehe Codell, M.
Cluett, M. L., und Yoe, J. H. Bestimmung kleiner Mengen Nickel in menschlichem Blut 400
Clusius, K., und Rechnitz, G. Massenspektrometrische Bestimmung von Stickstoff 200
Cocking, E. C., siehe Yemm, E. W.
Codell, M., Norwitz, G., und Clemency, Ch. Bestimmung von Schwefel in Titan und Titanlegierungen 385
Cogbill, E. C., und Yoe, J. H. Spektralphotometrische Bestimmung von Bor in pflanzlichem Gewebe 392
Cohen, S. H., und Margrave, J. L. Reaktionsgeschwindigkeiten bei der analytischen Bestimmung einiger anorganischer Peroxyde und Superoxyde 206
Colas, A., siehe Prat, J.
Committee on Colorimetry, Optical Society of America, The Science of Color 198 [L]
Compaan, H. Colorimetrische Bestimmung von Vanadium 434
Cooke, W. D., siehe Reilley, C. N.
Cooley, M. L. Bestimmung von Vitamin A 395
Cooper, J. R., siehe Udenfriend, S.
Cormier, M., Jouan, P., und Dancoisne, G. Papierchromatographische und ionophoretische Trennung von Sulfonamiden 303
Cossy, A., siehe Bovay, E.
Courtois, J., siehe Fleury, P.
Cox, D. B., und McGlynn, J. F. Apparat zur differentiellen thermischen Analyse von Schmierfetten 75
Coyle, Ch. F., und White, Ch. E. Fluorimetrische Bestimmung von Zinn(IV) 122
Crable, G. F., und Kerr, N. F. Fehler bei der Untersuchung sauerstoffhaltiger Gase durch Kohlenmonoxydbildung 200
Craig, H. C., siehe Seaman, W.
Craig, I. T., Tryon, P. F., und Brown, W. G. Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan 298
Crawford, R., und Edward, J. T. Fehler bei der Papierelektrophorese 48. — Leitfähigkeit von an Filtrierpapier adsorbierten Lösungen 285
Critchfield, F. E., und Johnson, J. B. Bestimmung von aliphatischen primären Aminoverbindungen 133
Császár, J., siehe Morvay, J.
Čuchlancev, V. G., siehe Krylov, Je. I.
Cullum, D. C. Trennung von Sarcosin und Methylamindiessigsäure 142
Curtis, E. L., siehe May, I
Czaja, A. T. Nachweis von Apfelmark in den Zubereitungen verschiedener Früchte 445
Czerny, M., siehe Feldheim, W.

Dahmen, E. A. M. F., siehe van der Heijde, H. B.
D'Ambrusio, M., siehe Forbes, G. B.
Dancoisne, G., siehe Cormier, M.
Dateo, G. P., Clapp, R. C., MacKay, D. A. M., Hewitt, E. J., und Hasselstrom, T. Bestimmung flüchtiger Schwefelverbindungen als Dimethyldisulfid und als Schwefelwasserstoff 445
Dautzenberg, W., siehe Glemser, O.
Davídek, J., und Fragner, J. Colorimetrische Bestimmung von Rutin 454
Davidow, B., und Woodard, G. Bestimmung von Ephedrin 218
Davis, C. E., Hunt, R. H., und O'Neal, M. J. Heliumbestimmung im Mikrogrammbereich durch Massenspektrometrie 200

Davis, O. L., siehe Lingane, J. J.
De, A. K. Übersicht über die moderne Bestimmung kleiner Mengen Thorium 432
Dean, J. A., Buehler, M. H., und Hardin, L. J. Volumetrische Fluorbestimmung mit Thoriumnitratlösung 129. — Siehe auch Bryan, H. A.
Decker, P., siehe Dirr, K.
Deininger, R. Bestimmung von Kalypnon 306
de Jonge, A. P., siehe unter „J"
de Man, T. J., siehe Mulder, F. J.
de Mayo, P., siehe Flynn, F. V.
De Oliveira Neditsch, J. siehe unter „O"
De Tiège-Robinet, S., siehe Stainier, C.
Dey, A. K., siehe Mukherji, A. K.
Dicker, E. S., und Johnson, E. A. Bestimmung von μg-Mengen Silber in Bleiglätte und Mennige 290
Diehl, H., und Ellingboe, J. L. Calcein als Indicator 225. — Siehe auch Smith, G. F.
Dimbat, M., und Stross, F. H. Mikroebulliometer zur Molekulargewichtsbestimmung 288. — Siehe auch Bonnar, R. U.
Dirr, K., Decker, P., und Becker, H. Serumeiweißfraktionierung mit Uranylacetat 239
Dlugač, R. Je., siehe Ganzburg, G. M.
Dockum, N. L., und Healy, J. W. Autoradiographische Bestimmung von $^{106}RuO_2$-Teilchen in Lungengewebe 231
Dörfel, H., siehe Fischer, F. G.
Doleschel, W., siehe Auerswald, W.
Doležil, M., und Bulandr, J. Bestimmung oberflächenaktiver quartärer Salze und Basen 440
Dolze, K., und Büchner, M. Colorimetrische Bestimmung von Äthylcrotylbarbitursäure in Urin 306
Domange, L. Anwendung von Komplexonen in der analytischen Chemie 373
Donner, D. Apparative Hilfsmittel im klinischen Laboratorium 223
Drake, B., siehe Tiselius, A.
Drew, C. M., und McNesby, J. R. Trennung verschiedener Gase durch Gaschromatographie 283
Drost, J. R., siehe Boldingh, J.
Drževeckaja, I. A. Titrimetrische Bestimmung von Milchsäure in Blut 232
Ducet, G., und Mencl, I. Bestimmung kleiner Mengen säurelöslicher Phosphorverbindungen in organischen Substanzen 398
Duclaux, J. Centrifuges et Ultracentrifuges 199 [L]
Duda, G. D., siehe Brown, R. H.
Düsing, W., und Kunze, H. Bestimmung von Barium und Strontium in Verdampfungsprodukten von Oxydkathoden durch Papierchromatographie 345 [Or]
Duffy, W. E., siehe Goris, P.
Dwyer, P. Inversion der Matrix bei Differential-IR-Analysen 363

Eberhard, R., siehe Fleury, P.
Echo, M. W., und Morgan, T. D. Massenspektrometer mit Oberflächen-Ionenquelle zur Analyse von Uranproben 201
Eckert, G. Analyse von Nickellegierungen für Oxydkathoden. 6. Mitteilung. Die Bestimmung des Siliciums 408 [Or]
Edman, P., Funk, H., und Sjöquist, J. Apparatur zur Analyse von Aminosäuregemischen 462
Edward, J. T., siehe Crawford, R.
Eeckhaut, J., siehe Bouten, J.
Eggleston, L. V., und Hems, R. Bestimmung von Phosphaten 229
Eichhorn, F., siehe Rappaport, F.
Ellicott, M. F., siehe Gaensler, E. A.
Ellingboe, J. L., siehe Diehl, H.
Elving, Ph. J., und Krivis, A. F. Verhalten kupferronhaltiger Uranylsalzlösungen in der Polarographie 52
Ender, G., siehe Gassner, K.
Endres, L., siehe Hörhammer, L.
England, L. J., siehe Steele, M. C.
Epps, jr. E. A., und Jacob, K. D. Bestimmung der Gesamt- und citratunlöslichen Phosphorsäure in Düngemitteln 456
Erbring, H., und Patt, P. Bestimmung von Ascorbinsäure 79
Erdey, L., und Káplár, L. Maßanalytische Ascorbinsäurebestimmungen mit Variaminblau als Indicator 180 [Or]
Erdey, L., und Paulik, F. Bariumchloridlösung als Fällungsreagens 399
Ernst, G., siehe Müller, R.
Esposito, G. G., siehe Swann, M. H.
Ettinger, M. B., und Ruchhoft, C. C. Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
Ettinger, M. B., Ruchhoft, C. C., und Lishka, R. J. 4-Aminoantipyrin zur

Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
Evans, H. C. Untersuchung von Waschmitteln 80
Eyring, E. J., siehe Pippen, E. L.

Faber, J. S. Analyse von Zinkstearat 211
Fabian, H., siehe Bode, H.
Fabre, R., Truhaut, R., und Boudène C. Bestimmung von Blei in biologischem Material 228
Fagel, jr., J. E., Balis, E. W., und Bronk, L. B. Homogenität und Oberflächenbeschaffenheit der Proben in der Röntgenspektrometrie 40
Fallscheer, H. O., siehe Carol, J.
Farag, A., siehe Khalifa, H.
Farlow, N. H. Nachweis von Chlorid, Bromid und Jodid in kleinsten Kristallen 62. — Quantitative Bestimmung von Chloridionen 62
Fassel, V. A., und Wilhelm, H. A. Bestimmung von Europium und Samarium 120
Fauconnet, L., und Fazan, R. Chromatographie zur Auftrennung von Glykosiden aus den Blättern der Digitalis lanata 305
Fauth, M. I., siehe Williams, R. W.
Fazan, R., siehe Fauconnet, L.
Feibusch, A. M., siehe Greenhaus, H. L.
Feigl, F., Amaral, J. R., und Gentil, V. Tüpfelnachweise für organische Verbindungen 140
Feigl, F., und Feigl, H. E. Nachweis von Ephedrin 217
Feigl, F. ,und Gentil, V. Tüpfelnachweis von Verbindungen, die Rhodanin bilden 374
Feigl, F., und Goldstein, D. Spezifischer Tüpfelnachweis für Nitromethan und Nitroäthan 134. — Tüpfelnachweis für Nitromethan, Monochlor-(brom)-Essigsäure, Dimethylsulfat, Jodmethan und Methylschwefelsäure 135
Feigl, H. E., siehe Feigl, F.
Feldheim, W., und Czerny, M. Zum papierchromatographischen Verhalten einiger Abbauprodukte des Vitamins C 193 [Or]
Fenton, jr., A. J., siehe Furman, N. H.
Ferm, E. A.R., siehe Oldfield, J. H.
Ferry, P., und Blachère, H. Bestimmung des Ammoniakstickstoffs in Böden 456
Field, K., und Laws, E. Q. Bestimmung von Resten des Insecticids Dimefox auf getrocknetem Hopfen 394
Fincke, A. Zucker und Zuckerwaren 70 [L]
Finjko, D. I. Bestimmung von Gallensäuren 316
Fischer, F. G., und Bohn, H. Analyse von Elfenbein 299
Fischer, F. G., und Dörfel, H. Bestimmung der Aminosäuren in Elfenbeinprotein 299
Fischer, R., und Auer, H. Bestimmung des Äthanolgehaltes von Tinkturen und Spirituspräparaten mit Hilfe der kritischen Mischungstemperatur 210
Fiskell, J. G. A., und Chew, V. Siebanalyse von Mischdüngern 455
Flaschka, H. Murexid als Indicator bei komplexometrischen Titrationen 291
Flaschka, H., und Abdine, H. Bestimmung von Kalium in Blutserum 224
Flaschka, H., und Holasek, A. Bestimmung von Kalium in Blutserum 224
Flaschka, H., Holasek, A., und Rosenthal, M. Komplexometrische Bestimmung von Kalium im Blutserum 224
Fleckenstein, A., und Gerlach, E. Bestimmung von Phosphaten 229
Fleury, P., Courtois, J., und Eberhard, R. Bestimmung von Eiweiß 237
Fleury, P., und Eberhard, R. Gravimetrische Eiweißbestimmung 237
Florey, K., siehe Tennent, D. M.
Flynn, F. V., und de Mayo, P. Elektrophoretische Technik 307
Forbes, G. B., und D'Ambrusio, M. Trennung von Na, K und Ca in Auflösungen von Knochen 224
Forbes, G. B., und Lewis, A. Trennung von Na, K und Ca in Auflösungen von Knochen 224
Foreman, J. K., siehe Ockenden, H. M.
Forziati, A. F., Mair, B. J., und Rossini, F. D. Hydrostatische Waage 440
Fowler, S., und Kaye, R. C. Bestimmung von Vitamin B_2 73
Fragner, J., siehe Davídek, J.
Francis, A. C., und Pilgrim, A. J. Bestimmung von Spuren Zink in Lebensmitteln 71
Frank, H. A., siehe Carr, M. H.
Frazier, R. E., siehe Taras, M. J.
Free, A. H., siehe Adams, jr., E. C.

Freeman, M. V. Fluorimetrische Messung von 4-Amino-10-methylpteroylglutaminsäure in Plasma 236
Freeman, N. K., Lindgren, F. T., Ng, Y.C., und Nichols, A. V. Bestimmung von Cholesterylestern, Glyceriden, Phosphatiden, Cholesterin und freien Fettsäuren in Serum 313
French, D., siehe Thoma, J. A.
French, D. I., und Gibson, M. R. Extraktion von Drogen und papierchromatographische Trennung der Alkaloide 219
Fridovich, I., und Handler, P. Colorimetrische Bestimmung von SH-Gruppen in Eiweißverbindungen 464
Friedel, R. A., und Queiser, J. A. IR-Analyse im Dampfzustand 282
Fries, R. J., siehe Sullivan, L. J.
Frisque, A. J. Allgemeines spektrographisches Verfahren mit innerem Standard 360
Fritze, E. R., und Zahn, H. Ein absolutcolorimetrisches Verfahren zur gleichzeitigen Bestimmung von O-DNP-Tyrosin und ε-N-DNP-Lysin 414 [Or]
Fürst, H., und Gluch, R. Infrarotspektrophotometrische Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan im Isomerengemisch 299
Fuhrmann, H. Automatisierung der Betriebsanalyse 376
Fujita, A., siehe Kimura, K.
Fukuda, T. Untersuchung über den Adsorptionsmechanismus bei der Verdrängungschromatographie 42
Fukuda, T., Omori, H., und Kusama, T. Analyse von Stadtgas und von Crackgasen 379
Funk, H., siehe Edman, P.
Furman, N. H., und Fenton, jr., A. J. Coulometrische Titrationen 51. — Siehe auch Reilley, C. N.
Furrer, H., siehe Staub, M.
Fursenko, B. F. Anwendbarkeit radioaktiver Isotope für die Analyse von Salzgemischen 202
Furusawa, M., siehe Takeuchi, T.

Gade, E. T., und Kadlec, J. D. Bestimmung von Vitamin A 72
Gaensler, E. A., Cadigan, jr., J. B., Ellicott, M. F., Jones, R. H., und Marks, A. Bestimmung von Kohlenoxyd in Blut 228
Gage, J. C. Colorimetrische Bestimmung von Äthylenoxyd in der Atmosphäre 152. — Bestimmung von Parathion in der Luft 152
Gallaj, Z. A., Tipcova, V. G., und Peškova, V. M. Anwendung der Ascorbinsäure zur Bestimmung von Vanadium(V) und Cer(IV) neben anderen Elementen 56
Ganzburg, G. M., und Dlugač, R. Je. Bestimmung von Mangan und Chrom in Stahl 387
Garfinkle, W., siehe Shapiro, B.
Garnett, J. L., und Lock, L. C. Nitronaphthylamine als Reagentien auf Quecksilber(II) und Cer(IV) 431
Garratt, D. C. The Quantitative Analysis of Drugs 207 [L]
Gašperík, J., siehe Horák, F.
Gassner, K., und Ender, G. Nachweis von Phosphatzusätzen in Fleisch- und Wurstwaren 451
Gatterer, A., und Junkes, J. Bestimmung von Europium u. Samarium 120
Gatti, E., siehe Riva, A.
Gebauhr, W., siehe Neeb, K. H.
Gellerman, J. L. siehe Schlenk, H.
Gentil, V., siehe Feigl, F.
Gentry, C. H. R., siehe Andrew, T. R.
George, P. Bestimmung anorganischer Peroxyde und Superoxyde 206
Gerlach, E., siehe Fleckenstein, A.
Gertner, M., siehe Juhasz, B.
Geubelle, F. Bestimmung der Gesamtkohlensäure in Plasma und Blut des Säuglings 396
Gey, K. F., und Schön, H. Bestimmung von Fettsäureestern in Blut- und Organfetten 231
Ghosh, S., siehe Gupta, Y. K.
Gibbs, H. D. Dibromchinonchlorimid zur Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
Gibson, M. R., siehe French, D. I.
Giger, K., siehe Kägi, J.
Gilber jr., T. W., Meyer, jr., A. S. und White, J. C. Indirekte Bestimmung von Lithiumcarbid in metallischem Lithium 382
Gildemeister, E., und Hoffmann, Fr. Die ätherischen Öle 208 [L]
Gile, H. S., siehe Carson, jr., W. N.
Glemser, O., und Dautzenberg, W. Bestimmung von Magnesium 225
Gluch, G., siehe Fürst, H.
Goddu, R. F., und Hume, D. N. Spektrophotometrische Endpunktsbestimmung bei der Fluorbestimmung mit Thoriumnitratlösung 130
Godin, P. Entwicklung von Kohlenhydraten auf Chromatogrammen 142

Götte, H., und Pätze, D. Identifizierung von Uran-Spaltprodukten 372
Göttling, W., siehe Blasius, E.
Goff, jr., H., und Blachly, F. E. Bestimmung von Seifen in raffinierten Pflanzenölen 147
Gohlke, R. S. Einfacher Gasverteilungschromatograph 365
Golby, R. L., Hildebrand, G. P., und Reilley, C. N. Calciumbestimmung in Serum, Plasma und Harn 225
Goldstein, D., siehe Feigl, F.
Goldstein, G., siehe Menis, O.
Gordon, L., siehe Greenhaus, H. L.
Goris, P., Duffy, W. E., und Tingey, F. H. Bestimmung des spaltbaren U-235 im gebrauchten Reaktormaterial 201
Gotō, H., Watanabe, T., und Suzuki, K. Mikrobestimmung geringer Mengen Kohlenstoff in Eisen, Stahl und Eisenlegierungen 386
Grat- Cabanac, M. Bestimmung von Eisen in Platinlegierungen 157
Greenhaus, H. L., Feibush, A. M., und Gordon, L. Spektralphotometrische Bestimmung von Cer(III) 120
Griffith, J. C. Analyse von Waschmitteln 80
Grimmer, G., siehe Tschesche, R.
Gringras, L., siehe Sjöstedt, G.
Grob, R. L., siehe Rosie, D. M.
Gross, D. Hochspannungspapierelektrophorese anorganischer Kationen 48
Grubb, H. M., siehe Schmauch, J. L.
Grubitsch, H., siehe Püschel, R.
Grüne, A. Bericht über Papierchromatographie und -elektrophorese 45
Gstirner, F. Prüfung und Verarbeitung von Arzneidrogen 207 [L]
Guedes de Carvalho, R. A. R_f-Werte von sämtlichen Elementen des Periodensystems 43
Guerra, S. L., siehe Peterson, R. E.
Guest, R. J. Bestimmung von Kupfer mit 2,2′-Dichinolyl 155
Gulbierz, J. E., siehe Newstead, E. G.
Gupta, Y. K., und Ghosh, S. Bestimmung von Peroxydisulfat 434
SenGupta, J. G., siehe Majumdar, A. K.
Gvircman, R. P. Mikroanalytisches Schnellverfahren zur Kontrolle der „Vikasol"-Produktion 150
Gwirtsman, J., siehe Ma, T. S.
Gyan, J. A., siehe Whaley, T. P.
Györbiró, K., und Poós, L. Polarographische Zelle mit strömender Quecksilberelektrode 54. — Siehe auch Proszt, J.
Hacobian, S., siehe Breyer, B.
Hädicke, M. Analytisches Verhalten von Wofacain A 213
Hagdahl, L., siehe Tiselius, A.
Haglund, H., und Sillén, L. G. Aufspüren von Giftstoffen in der Luft 378
Hahn-Weinheimer, P. Zur Bestimmung von Edelmetallspuren in Gesteinen 161 [Or]
Hall, L. C., siehe Laitinen, H. A.
Hall, M. T. Spektralphotometrische Bestimmung von Silicium in legierten Stählen 157
Hamakawa, T., siehe Sudo, T.
Handler, Ph., siehe Brown, R. H.; sowie Fridovich, I.
Hanes, C. S., und Isherwood, F. A. Reagens auf Phosphate 229
Hanewald, K. H., siehe Mulder, F. J.
Hanson, C. K. Bestimmung von Tellur in Urin 230
Harashima, K., siehe Sahashi, Y.
Hardin, L. J., siehe Dean, J. A.
Harel, S., und Talmi, A. Bestimmung der Feuchtigkeit und des Kristallwassers in Gipsproben und Superphosphaten 455
Hartel, J., siehe Ultee jr., A. J.
Hartmann, A. F., siehe Somogyi, M.
Harvey, W. T., siehe Lipkin, M. R.
Hasegawa, I., siehe Simard, R. G.
Hashitani, H., siehe Motojima, K.
Hashmi, M. H. Bestimmung von Methylketonen 445
Hasselstrom, T., siehe Dateo, G. P.
Hatcher, J. T., und Wilcox, L. V. Bestimmung von Bor mit Carmin 373
Hauffe, K. Reaktionen in und an festen Stoffen 118 [L]
Hausman, E. R., Lewis, G. T., und McAnally, J. S. Bestimmung von Harnsäure in Plasma und Serum 320
Hayes, T. J., siehe Brown, E. G.
Hays, R., siehe Allen, H. R.
Hazel, J. F., siehe Brake, L. D.
Headington, C. E., siehe Simard, R. G.
Healy, J. W., siehe Dockum, N. L.
Heatley, N. G., und Page, E. J. Bestimmung von elementarem Schwefel 58
van der Heijde, H. B. Anwendung der Potentiometrie 369
van der Heijde, H. B., und Dahmen, E. A. M. F. Anwendung von potentiometrischen Titrationen 369
Heilmeyer, L., und Plötner, K. Bestimmung von Eisen im Serum 400
Heinz, J. H., siehe Leithe, W.
Hejtmánek, M., siehe Vavruch, I.

Helbert, J. R., und Brown, K. D. Bestimmung von Monosacchariden, Oligo- und Polysacchariden, die Hexuronsäuren enthalten 143
Hems, R., siehe Eggleston, L. V.
Hennart, C., und Merlin, E. Verwendung von Propionsäure als Lösungsmittel an Stelle von Eisessig für Titrationen in wasserfreiem Medium 374. — Bestimmung der Thionylgruppe in organischen Verbindungen 439
Henze, J. Papierchromatographische Trennung von Zucker 144
Herbo, C., und Sigalla, J. Grundlagen der photometrischen Jodometrie 205
Herington, E. F. G. Bestimmung von Verunreinigungen durch Aufnahme der Schmelz- und Erstarrungskurven 203
Herrmann, M., siehe Bock, R.
Herzenberg, L. A., siehe Mitchell, H. K.
Hesse, P. R. Bestimmung der löslichen Sulfate in Boden 457
Hettich, A. Nachweis der Erdnußfettgruppe in Milchschokoladen 448
Heumann, W. R., und Belovic, B. Cerimetrische Bestimmung von Eisen mit Ferroin als Indicator 67
Hewitt, E. J., siehe Dateo, G. P.
Heyrovský, J. Grundzüge und Entwicklung der Polarographie 286
Higuchi, T., siehe Szulczewski, D. H.
Hildebrand, G. P., und Reilley, C. N. Murexid als Indicator bei komplexometrischen Titrationen 291. — Bestimmung von Calcium 225. — Siehe auch Golby, R. L.
Hill-Cottingham, D. C. Spektrometrische Bestimmung von Eisen- und Calciumchelaten in der Bodenanalyse 458
Hirahara, K., siehe Seligson, D.
Hjertén, S., siehe Tiselius, A.
Hobson, J. D. Analyse von aus Stahl gewonnenen Carbiden 387
Hochheiser, S., siehe Jacobs, M. B.
Hoeke, F., und Cats, H. Bestimmung von Diphenyl und Thioharnstoff in Orangenschalen 446
Hörhammer, L., Endres, L., Wagner, H. und Richthammer, F. Isolierung und Identifizierung eines Flavondipentosides 151
Hörhammer, L., Wagner, H., und Leeb, W. Chromatographie von Flavonen an Polyamid 150
Hoffmann, Fr., siehe Gildemeister, E.
Hoffmann, W., siehe Umland, F.
Holaday, D. A., und Verovsky, M. Bestimmung von Kohlensäure in Blut und Plasma 396
Holasek, A., siehe Flaschka, H.
Holmes, A. H., siehe Stone, W. K.
Holt, B. D. Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen 386
Holzmann, R. T., siehe Sun, S.-C.
Hoppe, W. Röntgen-Kristallstrukturanalyse 362
Horák, F., und Gašperík, J. Bestimmung von Ephedrin 217
Horák, J., siehe Okáč, A.
Hornstein, I. Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan in technischem Isomerengemisch 298
Hornung, W., siehe Hückel, W.
Horová, K., siehe Vebersík, V.
Horwitz, W., siehe Sager, O. S.
Hoste, J. Bestimmung von Kupfer mit 2, 2′-Dichinolyl 155
Hougthon, N. W. Mikrobestimmung von freiem und gebundenem Schwefel in Erdöldestillaten 295
Howard, J. W., siehe Bruce, R. B.
Huber, C. O., und Shain, I. Bestimmung von Mangan 64
Hubicki, W. Polarographie in flüssigen Ammoniakaten des Ammoniumnitrats, des Ammoniumrhodanids, des Natriumrhodanids und des Lithiumnitrats 53
Hubicki, W., und Matysik, J. Technik der Polarographie 53
Hubicki, W., und Zychiewicz, Z. Technik der Polarographie 53
Hückel, W., und Hornung, W. Apparatur zur Chromatographie bei tiefen Temperaturen 365
Hughes, H. K., und Wilczewski, J. W. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Verbindungen 378
Hull, C. J., siehe Wagner, W.
Hume, D. N., und Kolthoff, I. M. Bestimmung von Eisen mit Kakothelin als Indicator 67. — Siehe auch Goddu, R. F.
Hunt, R. H., siehe Davis, C. E.
Hyatt, R. Bestimmung von Aminophyllin und Phenobarbital in pharmazeutischen Präparaten 217

Imre, S., siehe Tulus, M. R.
Ingamells, C. O. Bestimmung von Silicium in legierten Stählen 157
XVI. Internationaler Kongreß für reine und angewandte Chemie, Paris 198 [L]

Irving, H., Risdon, E. J., und Andrew G. Bestimmung von Bleispuren in Gesteinen 159.
Irving, H., Smit, J. van R., und Salmon, L. Bestimmung von Indium in Cylindrit 389. — Siehe auch Smales, A.A.
Isherwood, F. A., siehe Hanes, C. S.
Ishibashi, M., Shigematsu, T., und Nishikawa, Y. Fluorimetrische Bestimmung von Aluminium mit Pontachrom-Blauschwarz R 119
Ishibashi, M., Shigematsu, T., Yamamoto, Y., Tabushi, M., und Kitagawa, T. UV-spektralphotometrische Bestimmung von Eisen(III) 436
Ishikawa, H., siehe Sakamaki, I.
Isono, K. Bestimmung kleiner Mengen Nickel in Erzen 391
Isselbacher, K. J., siehe Tomkins, G.

Jackson, E. Analyse von Silberloten 382
Jacob, K. D., siehe Epps, jr., E. A.
Jacob, L. N., siehe Mohler jr., E. F.
Jacobs, M. B., Braverman, M. M. und Hochheiser, S. Spektralphotometrische Bestimmung von Schwefelwasserstoff und Sulfiden in der Luft 151
Jacquignon, P., siehe Buu-Hoï, N. P.
James, A. T., und Webb, J. Bestimmung der Lage der Doppelbindungen einfach und mehrfach ungesättigter Fettsäuren 138
James, D. W. F., siehe Butler, L. O.
Janák, J., und Novák, J. Bestimmung von gasförmigen Verunreinigungen in Butadien-1,3 76
Jeffery, P. G. Bestimmung von Molybdän in Wolframerzen 160
Jeffrey, J. G., siehe Quinn, T. J.
Jennings, P. P., und Osborn, E. M. Bestimmung von Kohlendioxyd in Wasser 380
Jessar, R., siehe Shapiro, B.
Jirgl, V., siehe Michalec, Č.
Johnson, E. A., und Toogood, M. J. Bestimmung von Bor in Titanlegierungen 383. — Siehe auch Dicker, E. S.
Johnson, J. B., siehe Critchfield, F. E.
Jones, D. D., Katyama, H., und Tyler jr., V. E. Quantitative papierchromatographische Bestimmung von Ergotamin und Ergotoxin 221
Jones, G. B. Bestimmung von Vanadium in Pflanzenmaterial 78
Jones, J. T., siehe Challis, H. J. G.
Jones, R. H., siehe Gaensler, E. A.
de Jonge, A. P., und Verhage, A. Papierchromatographische Trennung von Fettsäureaniliden 139. — Quantitative spektralphotometrische Bestimmung der Fettsäureanilide 140
Jorissen, A. Farbreaktion auf Dulcin 303
Joshi, B. C., und Tewari, J. D. Chemische Prüfung der Samen von Lepidium Iberis 215
Jost, W. Diffusion. Methoden der Messung und Auswertung 198 [L]
Jouan, P., siehe Cormier, M.
Juhasz, B., Szegedi, B., und Gertner, M. Stickstoffbestimmung in Silage 80
Junkes, J., siehe Gatterer, A.

Kabara, J. J. Mikromethode zur Isolierung von radioaktivem Cholesterin 312
Kadlec, J. D., siehe Gade, E. T.
Kägi, J., Burger, M., und Giger, K. Fluorimetrische Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin im menschlichen Blutplasma 309
Kakutani, Y., siehe Urakami, C.
Kalvoda, R. Polarographische Mikrobestimmung verschiedener Metalle durch oscillographische Polarographie 371
Káplár, L., siehe Erdey, L.
Kapoor, A. L., Schumacher, H., und Büchi, J. Quantitative Analyse der Mutterkornalkaloide 220
Kapur, N. S., Narayanan, K. M., Bains, G. S., und Bhatia, D. S. Colorimetrische Bestimmung von Vanillin 148
Kardos, E., siehe Szekeres, L.
Karplus, R., siehe Lingane, J. J.
Karrman, K. J., siehe Sunner, S.
Kashyap, G. P., siehe Singh, B.
Kastell, A. Quantitative Bestimmung der Aminosäurezusammensetzung von Kartoffeleiweiß 460
Katyama, H., siehe Jones, D. D.
Katz, J. J., siehe Sheft, I.
Kaufman, Z. F., siehe Allen, H. R.
Kaufmann, H. P., und Bernard, M. Analyse von Siccativen 298
Kay, H., siehe Schulz, M. E.
Kaye, R. C., siehe Fowler, S.
Kebarle, P., siehe Ryce, S. A.
Kellen, J. Reagens zur Sichtbarmachung von reduzierenden Stoffen auf Papierchromatogrammen 44

Keller, W., und Weiss, F. Technik der wasserfreien maßanalystichen Bestimmung pharmazeutisch verwendeter schwacher Basen und Säuren 208
Kelsey, D. Bestimmung von Allethrin 299
Kemula, W. Chromatopolarographische Messungen 370
Kendall, F. E., siehe Abel, L. L.
Kenny, G. S., siehe Meinschein, W. G.
Kern, A., und Stransky, E. Bestimmung von Harnsäure 320
Kerr, N. F., siehe Crable, G. F.
Kershaw, F. G., siehe Strafford, N.
Keulemans, A. I. M., Kwantes, A., und Zaal, P. Gaschromatographische Trennung verschiedener Gase 283
Keuning, K. J., siehe Mulder, F. J.
Khalifa, H. Photometrische Wismutbestimmung mit Fast Grey RA 56
Khalifa, H., und Farag, A. Colorimetrische Mikrobestimmung von Molybdän mit Echtgrau RA 127
Kiboku, M. Bestimmung von Chrom Molybdän, Wolfram 60. — Oxydimetrische Bestimmung von Sulfiden mit Kaliumhexacyanoferrat(III) 59
Kienberger, C. A. Automatische Lösungsmittelextraktionsapparatur zur Trennung des Urans von anderen Metallen und zur Analyse des Urans 289
Kimura, K., und Fujita, A. Mikrobestimmung von Vitamin A in Blutserum 319
Kimura, K., Yokoyama, Y., Sano, N., und Mabuchi, H. Trennung des Protactiniums von Thorium durch Ionenaustausch 128
Kindt, B. H., siehe Nichols, M. L.
Kinnunen, J., und Merikanto, B. Bestimmung der Reste von Elektrolyten, die bei der Raffination des Kupfers haften bleiben 154
Kirby, H. W. Herstellung von radiochemisch reinem Cer 121
Kirkland, J. J. Infrarotanalyse kleiner Mengen fester Substanzen 41
Kis, J., siehe Proszt, J., sowie Salgó, É.
Kitagawa, T., siehe Ishibashi, M.
Kjaer, A., und Rubinstein, K. Papierchromatographische Trennung von Thioharnstoffderivaten 447
Kleinert, J. Bestimmung von Cocosfett 448
Klingmüller, V., und Maier-Sihle, L. Trennung der Racemate von Histidin und Tryptophan 462
Klíř, L., siehe Líška, K.
Knebel, C. M., siehe Walkenstein, S. S.
Kny, L., siehe Richter, J.
Körbl, J., siehe Buben, F.
Kofranyi, E., siehe Turba, F.
Kogan, Ja. L., siehe Tananajev, I. V.
Kolthoff, I. M., Belcher, R., Stenger, V. A., und Matsuyama, G. Volumetric Analysis, Volume III. Titration Methods: Oxidation-Reduction Reactions 197 [L]
Kolthoff, I. M., und Nightingale jr., E. R. Untersuchungen in der Voltammetrie 51. — Siehe auch Hume, D. N., sowie Laitinen, H. A.
Kominami, T., siehe Nishino, Y.
Kondo, A. Bestimmung von Selen in organischen Substanzen 378
Kontnik, B., und Kraczkiewicz, T. Bestimmung von γ-Hexachlorcyclohexan in Handelspräparaten 393
Korkes, S., siehe Brown, R. H.
Kotásek, Z., siehe Procházka, Ž.
Kowala, C. Chromatographische Kammer für eindimensionale Papierchromatographie 43
Kraczkiewicz, T., siehe Kontnik, B.
Kramer, H., siehe May, I.
Krampitz, G., siehe Müller, R.
Kress, R. Nachweis von Schwermetallionen in Arzneistoffen mit Natriumcarbat 209
Kretchmar, A. L., und Kyker, G. C. Verbesserte Glasapparatur zur Bestimmung von α-Aminosäuren mit Ninhydrin 459
Krivis, A. F., siehe Elving, Ph. J.
Krull, W., siehe Überreiter, K.
Krylov, Je. I., und Čuchlancev, V. G. Untersuchungen über die Selenite des Uranyls und Thoriums 61
Kubota, M., siehe Sudo, T.
Kučera, J., Procházka, Ž., und Vereš, K. Papierchromatographie neutraler Steroide 317
Kunze, H., siehe Düsing, W.
Kusama, T., siehe Fukuda, T.
Kwantes, A., siehe Keulemans, A. I. M.
Kyker, G. C., siehe Kretchmar, A. L.

Lábler, L., siehe Procházka, Ž.
Laffitte, P., und Brusset, H. Les gaz inertes, l'hydrogène, les halogènes 117 [L]
Laitinen, H. A., und Hall, L. C. Potentiometrische Titrationen bei konstantem Strom und konstanter Spannung 286
Laitinen, H. A., und Kolthoff, I. M. Bestimmung von Diffusionskoeffi-

zienten an rotierenden Mikroelektroden 50
Lal, M., siehe Taimni, I. K.
Lambou, M. G. R_f-Werte einiger Kohlenhydrate 142
Langejan, M. Bestimmung von Methoxylgruppen in Alkaloiden 215
Lapière, Ch., siehe Stainier, C.
Larson, T. E., siehe Taras, M. J.
O'Laughlin, J. W., siehe Banks, Ch. V.
Lavallee, A., siehe Manell, W. A.
Lawrence, H. C., siehe Seaman, W.
Laws, E. Q., siehe Field, K.
Lazarov, N. I. Bestimmung von Fibrinogen in Blut durch Papierelektrophorese 308
Le Boeuf, J., siehe Braid, P. E.
Lederer, E., und Lederer, M. Chromatography. A Review of Principles and Applications 38 [L]
Lederer, M., siehe Lederer, E.
Leeb, W., siehe Hörhammer, L.
Leithe, W., und Heinz, J. H. Bestimmung von Cocosfett 448
Lemieux, P. E., siehe Black, R. H.
Lemieux, R. U., und von Rudloff, E. Gaschromatographische Trennung durch Oxydation der olefinischen Doppelbindungen 284
Lepri, F., siehe Liberti, A.
Levenbook, L. Apparat zur automatischen Aufgabe von ml-Mengen auf Papierchromatogramme 368
Levin, Ö., siehe Tiselius, A.
Levy, B. B., siehe Abel, L. Ł.
Lewis, A., siehe Forbes, G. B.
Lewis, G. T., siehe Hausman, E. R.
Libby, W. F. Messung der Zerfallsrate weicher Betastrahler 201
Liberti, A. Identifizierung und Bestimmung von Komponenten eines organischen Gemisches 366
Liberti, A., Lepri, F., Ciavatta, L., und Cartoni, G. P. Coulometrie zur Identifizierung gaschromatographisch getrennter Komponenten eines organischen Gemisches 366
Liebman, A. M. Spektrographische Bestimmung von Aluminiumoxyd in Blei-Borosilicat-Glasfritten 289
Lilie, H. Bestimmung von Aluminium in Stahl 156
Lilie, H., und Sturzebecher, B. Bestimmung von Aluminium in Stahl 156
Lindgren, F. T., siehe Freeman, N. K.
Lingane, J. J. Polarographische Bestimmung von Thallium 121
Lingane, J. J., und Davis, O. L. Bestimmung von Vitamin B_2 73
Lingane, J. J., und Karplus, R. Bestimmung von Mangan 64
Lipkin, M. R., Mills, I. W., Martin, C. C. ,und Harvey, W. T. Pyknometer 440
Lishka, R. J., siehe Ettinger, M. B.
Liška, K., und Klíř, L. Verwendung von Anionenaustauschern in der analytischen Chemie 287
Liu, C. H., siehe Clark, G. L.
Lock, L. C., siehe Garnett, J. L.
Lohmann, V., siehe Auterhoff, H.
Lopez, J. A., siehe Bessey, O. A.
Lowry, O. H., siehe Bessey, O. A.
Lubran, M., und Moss, D. W. Bestimmung der Albuminkonzentration im Serum 239
Lüde, R. Die Raffination von Fetten und fetten Ölen 71 [L]
Lugg, J. W. H., und McEvoy-Bowe, E. Papierchromatographische Trennung von Aminosäuren 459
Lupant-André, F. Bestimmung von Quecksilber in organischen Verbindungen 301
Lykken, L., Treseder, R. S., und Zahn, V. Nitrophenol zur Bestimmung von phenolischen Verbindungen in Wasser 153
Lyon, W. S. Bestimmung von Neptunium-239 in Uranproben 66

Ma, T. S., und Gwirtsman, J. Spektrophotometrische Endpunktsbestimmung mit Thoriumnitratlösung 130
Mabuchi, H., siehe Kimura, K.
McAnally, J. S., siehe Hausman, E. R.
MacAulay, W. C., siehe Quinn, T. J.
McBryde, W. A. E., siehe Maynes, A. D.
McClenahan, W. S., siehe Sullivan, L. J.
McComb, E. A. Extraktionsmittel für Lactose und Maltose aus Nahrungsmitteln zum Zwecke der Wasserbestimmung nach Karl Fischer 148
McCurdy jr., W. H., siehe Smith, G. F.
McDonald, H. J., und Bermes, E. W. Bestimmung von Serum-β-Globulinen 307
McEniry, M. A. Bestimmung von Mannithexanitrat in Tabletten neben Phenobarbital 212. — Bestimmung von Theopyllin oder Aminophyllin durch nichtwäßrige Titration 217
McEvoy-Bowe, E., siehe Lugg, J. W. H.
McGlynn, J. F., siehe Cox, D. B.
Machell, G. Verhalten von reduzierenden Zuckern, Zuckersäuren und deren Lactonen an Anionenaustauschern 143

MacIntyre W. J., und Christie, J. H. Verbesserter Scintillationszähler 203
Mackay, D. A. M., siehe Dateo, G. P.
McNabb, W. M., siehe Brake, L. D.
McNesby, J. R., siehe Drew, C. M.
McRoberts, L. H. Bericht über die Thiaminbestimmung in angereicherten Getreideerzeugnissen und Backwaren 74
Maës, M., siehe Martin, G.
Magee, R. J., siehe Spitzy, H.
Maier-Sihle, L., siehe Klingmüller, V.
Mair, B. J., siehe Forziati, A. F.
Majer, J., und Tomásch, E. Bestimmung von Jodid und Jod in Lösungen 130
Majumdar, A. K., und Chakrabartty, M. M. Papierelektrophoretische Trennung von Edelmetallen 47. — 2-Mercapto-benzothiazole as an Analytical Reagent. Estimation of Palladium 96 [Or]. — 2-Mercapto-benzimidazole as an Analytical Reagent. Estimation of Palladium 101 [Or]. — Bestimmung von Palladium mit 2-Mercapto-benzimidazol und 2-Mercapto-benzthiazol 132
Majumdar, A. K., und Mukherjee, A. K. Trennung von Niob und Tantal 124
Majumdar, A. K., und Ray Chowdhury, J. B. Trennung von Niob und Tantal 57
Majumdar, A. K., und Sen Gupta, J. G. Gravimetric Determination of Thorium and Zirconium. Quinaldinic Acid as a Reagent 262 [Or]
Malaprade, L. A. J. Perjodatreaktion von Polyalkoholen 209
Malkemus, J. D., und Swan, J. D. Bestimmung von Mono- und Diester und Polyäthylenglykol in Polyäthylenglykol-Fettsäureestern 75
Malmstadt, H. V., und Vassallo, D. A. Automatische spektralphotometrische Titration 41
Malowan, L. S. Nachweis von Nitraten 123
de Man, T. J., siehe Mulder, F. J.
Manell, W. A., Lavallee, A., Carioto, R. A., und Allmark, M. G. Formamid-Celite-Säule zur Trennung von Glucosiden 214
Manganelli, R. M., und Brofazi, F. R. Papierchromatographische Trennung der Fettsäuren von C_2 bis C_6 137
Mangold, H. K., siehe Schlenk, H.
Mann, Ch. K. Polarographische Kontrolle von Eluaten aus Austauschersäulen 369
Manning, D. L., siehe Menis, O.
Maquinay, A., und Brouhon, N. Polarographische Bestimmung von Vitamin B_2 in pharmazeutischen Spezialitäten 73
Margrave, J. L., siehe Cohen, S. H.
Markle, G. E., siehe Wagner, W.
Marks, A., siehe Gaensler, E. A.
Martens, P. H. Flammenphotometrische Bestimmung von Kalium in Kunstdünger 455
Martin, C. C., siehe Lipkin, M. R.
Martin, G., und Maës, M. Colorimetrische Mikrobestimmung von Bor mit Chromotrop 2 B[1] 78. — Siehe auch Basset, M.
Mason, M., und Wegienka, L. C. Beziehung zwischen R_f-Wert und Atomrefraktion in der „Aussalz"-Chromatographie 365
Mathers, A. P., und Pro, M. J. Bestimmung von Methoxylgruppen in Alkaloiden 215
Matsuura, N., und Tomura, S. Papierchromatographisches Verhalten von Hexachloroantimonsäure 55
Matsuyama, G., siehe Kolthoff, I. M.
Matthias, R. H. Fehler chemisch-analytischer Messungen 199
Matysik, J., siehe Hubicki, W.
Maurel, R. Flächen der Elutionsbanden in der Gaschromatographie 42
Maurice, M. J. UV-spektrophotometrische Bestimmung von elementarem Schwefel 58. — Bestimmung von kolloidem Schwefel 58
May, I., Kramer, H., und Curtis, E. L. Änderung der Brennerhöhe in Flammenphotometern 40
Maynes, A. D., und McBryde, W. A. E. Bestimmung von Bleispuren in Gesteinen 159
de Mayo, P., siehe Flynn, F. V.
Mazarella, N. M. Colorimetrische Mikrobestimmung von Corticoiden 318
Mazee, W. M. Erhitzungskurven binärer Gemische von n-Alkanen 133
Megregian, S. Fluoridbestimmung 381
Mehrotra, R. C., siehe Tandon, J. P.
Meinschein, W. G., und Kenny, G. S. Chemische Zusammensetzung des Benzoleluates eines Benzol-Methanol-Bodenextraktes 458
Melvin, E. H., siehe Nowakowska, J.
Mencl, I., siehe Ducet, G.
Mengel, K., siehe Scharrer, K.

Menis, O., Manning, D. L., und Goldstein, G. Spektralphotometrische Bestimmung von Thorium 433
Menke, K. H. Tüpfelchromatogramme zur Untersuchung von Aminosäuren 396
Menke, K. H., und Siemermann, B. Chromatographische Bestimmung von Aminosäuren in Futtermitteln 395
Merikanto, B., siehe Kinnunen, J.
Merlin, E., siehe Hennart, C.
Metcalfe, L. D., und Schmitz, A. A. Bestimmung höherer aliphatischer Aldehyde in Ketonen und Fettsäuren 442
Meyer jr., A. S., siehe Gilbert jr., T. W.
Meyer, F. Nachweis der Phenothiazin-Derivate Megaphen, Atosil und Pacatal 304
Meyniel, G., siehe Blanquet, P.
Michailov, V. G. Luminescenzanalyse von Akrichin (Atebrin und Mecaprine) im Harn 311
Michalec, Č., Jirgl, V., und Podzimek, J. Bestimmung von Cholesterin und Cholesterinestern in Serum und biologischem Material 312
Miller, O. N. Bestimmung von gebundenem Vitamin B_{12} im Blut 319
Mills, I. W., siehe Lipkin, M. R.
Milne, J. B., und Chatten, L. G. Bestimmung von Promazin und Chlorpromazin in pharmazeutischen Zubereitungen 304
Milun, A. J. Bestimmung von primären Aminen in aliphatischen Aminacetaten und Aminen von hohem Molgewicht 441. — Siehe auch Nelson, J. P.
Miram, R., und Pfeifer, S. Bestimmung von Codein und Papaverin auf Papierchromatogrammen 305
Mirone, P. Spektrochemische Analyse mit Hilfe des Gleichstrombogens von auf Papier adsorbierten Lösungen 361
Mitchell, H. K., und Herzenberg, L. A. Zonenelektrophorese mit neuem Trägermaterial 45
Mitchell, L. C. Papierchromatographische Trennung von Antioxydantien 148
Miyazaki, K., siehe Oi, N., sowie Sahashi, Y.
Mohler, jr., E. F., und Jacob, L. N. Photometrische Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
Molnár, L. Oscillographisch-polarographische Identifizierung einiger Alkaloide 219
Molnár, L., und Molnárová, K. Oscillographisch-polarographische Identifizierung einiger Alkaloide 219
Molnárová, K., siehe Molnár, L.
Monnier, D., siehe Wenger, P.-E.
Moore, F. L. Extraktionsmittel für Säuren 375
Moore, F. L., und Reynolds, S. A. Bestimmung von Protactinium-233 127
Moore, S., und Stein, W. H. Bestimmung von Aminosäuren 395. — Siehe auch Stein, W. H.
Moore, T. B., siehe Cameron, W. M.
Morgan, T. D., siehe Echo, M. W.
Morgareidge, K. Bestimmung von Vitamin A in Margarine 72, 453
Morvay, J., Császár, J., und Almásy, M. Über die Reaktion des Adrenalins mit Dikalium-Quecksilber(II)-tetrarhodanid. Identifizierung des entstehenden Adrenochroms auf spektroskopischem und papierchromatographischem Wege 187 [Or]. — Siehe auch Salgó, É.
Moshier, R. W., und Schwarberg, J. E. Bestimmung von Tantal in Anwesenheit von Niob 57
Moss, D. W., siehe Lubran, M.
Motojima, K., und Hashitani, H. Spektralphotometrische Bestimmung von Mikromengen Eisen und Aluminium 437
Mott, R. A., und Wilkinson, H. C. Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes von Kohle und Koks 74
Mounier, J., siehe Blanquet, P.
Mowery jr., D. F. Säulenchromatographische Trennung und Bestimmung von Methylmannosiden 212
Moyer, H. V., siehe Bogan, E. J.
Mrowetz, G., siehe Schulz, M. E.
Müller, R., Ernst, G., und Schoch, H. Nachweis von Insecticid-Rückständen auf Pflanzenmaterial 393
Müller, R., und Krampitz, G. Bestimmung von Aminosäuren 395
Mukaewaki, K. Bestimmung von Eisen(III)-nitrat in fluorwasserstoffsalpetersauren Eisenbeizlösungen 290
Mukerjee, H. G. Electro-Migration on Paper in the Separation of Ions. Part IX 28 [Or]
Mukherjee, A. K., siehe Majumdar, A. K.
Mukherji, A. K., und Dey, A. K. Colorimetrische Bestimmung von Kupfer mit Natriumalizarinsulfonat 118
Mulder, F. J., Roborgh, J. R., de Man, T. J., Keuning, K. J., und

Hanewald, K. H. Bestimmung von Vitamin D 149
Mullen, P. W. Modern Gas Analysis 280 [L]
Muller, C. J., siehe Zijlstra, W. G.
Munday, J. S., siehe Sharpless, N. E.
Munro, D. C. Bestimmung der Elektronigkeit von Elektrodenreaktionen aus einer polarographischen Stufe 52
Murahashi, H., siehe Urakami, C.
Mutaguchi, M., und Yasuda, K. Funkenspektrographische Bestimmung von Leichtmetallegierungen mit Spektrophotometer 361
Mykolajewycz, R. Auswertung von Flecken auf Papierchromatogrammen 44

Nakamura, R., siehe Sakamaki, I.
Nakayama, A., siehe Sahashi, Y.
Narayanan, K. M., siehe Kapur, N. S.
Nathan, D. S., und Rodkey, F. L. Neßler-Reagens 306
Nathan, P., siehe Aprison, M. H.
O'Neal, M. J., siehe Davis, C. E.
Neeb, K. H., und Gebauhr, W. Flammenphotometrische Bestimmung geringer Kaliummengen in Natrium und seinen Verbindungen nach Anreicherung mittels Tetraphenylborammonium 167 [Or]
Neill, J. M., siehe van Slyke, D. D.
Nelson, J. P., und Milun, A. J. Schnellbestimmung von Phosphin in der Luft 379
Nessim, N. E., siehe Puffeles, M.
Neuwirth, O., siehe Schwab, G.-M.
Newstead, E. G., und Gulbierz, J. E. Bestimmung von Bor in Titanlegierungen 383
Ng, Y. C., siehe Freeman, N. K.
Nichols, A. V., siehe Freeman, N. K.
Nichols, M. L., und Kindt, B. H. Spektrophotometrische Endpunktsbestimmung bei der Fluorbestimmung mit Thoriumnitratlösung 130
Nightingale jr., E. R. Bestimmung der Diffusionskoeffizienten an rotierenden Mikroelektroden 50. — Siehe auch Kolthoff, I. M.
Nishida, H. Einfluß der Schwefelsäure bei der Analyse von kleinen Mengen Germanium 432
Nishikawa, Y., siehe Ishibashi, M.
Nishimoto, K., siehe Yamaguchi, K.
Nishimura, M., siehe Uzumasa, Y.
Nishino, Y., und Kominami, T. Bestimmung von Methylalkohol und Methylacetat in Vinylacetat mittels IR-Spektroskopie 298
Nonaka, M., siehe Pippen, E. L.
Norman, N., Beck, J. C., und Browne, J. S. L. Abtrennung des Natriums und Kaliums vom Calcium in Auflösungen von Knochen 224
Norris, M. V., siehe Averell, P. R.
Norwitz, G., siehe Codell, M.
Novák, J., siehe Janák, J.
Nowakowska, J., Melvin, E. H., und Wiebe, R. Gasverteilungschromatographische Trennung der Oxydationsprodukte von Fettsäuren 284
Nowicka-Jankowska, T., und Szyszko, H. Borbestimmungen in Reaktormaterial 373

Ockenden, H. M., und Foreman, J. K. Trennung des Urans von großen Mengen Eisen und Aluminium 128
Oehlmann, F. Colorimetrische Bestimmung von Kupfer in Aluminiumlegierungen, Hüttenprodukten und Pigmenten aller Art 155
Oelsen, W., Haase, H., und Graue, G. Titrationszelle 367
Öi, N., und Miyazaki, K. Quantitative Bestimmung eines Gemisches von 2-, 3- und 4-Nitro-1-chlorbenzol 145
Okáč, A., und Horák, J. Reaktion des Phthalimidoxims mit Nickel(II)-salzen 69
O'Laughlin, J. W., siehe Banks, Ch. V.
Oldfield, J. H., und Ferm, E. A .R. Anwendung des intermittierenden Wechselstrombogens für die Analyse von Aluminiumlegierungen 361
de Oliveira Meditsch, J. Nachweis kleinster Mengen Eisen(III) 130
Omori, H., siehe Fukuda, T.
O'Neal, M. J., siehe Davis, C. E.
Orange, M., und Rhein, H. C. Bestimmung von Magnesium 225
Organisation Mondiale de la Santé. Pharmacopoea Internationalis 206 [L]
Osawa, Y. Papierchromatographische Trennungen auf kegelförmigem Papier 368
Osborn, E. M., siehe Jennings, P. P.

Pacuk, V. V. Nachweis von Selen in der 4- oder 6-wertigen Form 60
Padhye, V. P. Bestimmung von Calcium und Magnesium in pflanzlichem Material 391
Pätze, D., siehe Götte, H.
Page, E. J., siehe Heatley, N. G.

Pai Verneker, V. R., siehe Purkayastha, B. C.
Paleček, E. Neue Methode der Analyse der Stoffe in kolloiden Gelen 1 [Or]
Pankratz, R. E., und Bandelin, F. J. Bestimmung von Coffein neben Phenacetin 217
Panova, N. I., siehe Sokolova, Je. V.
Papp, E. F., siehe Szekeres, L.
Parker, G. H., siehe Bricker, C. E.
Parrish, D. B. Bestimmung von Vitamin A in gemischten Futtermitteln 72
Parrish, D. B., und Smith, H. A. Bestimmung von Vitamin A in Mischfuttermitteln 395
Parry, T. E. Zweidimensionale Papierchromatographie von Aminoverbindungen 233
Parsons, J., siehe Beher, W. T.
Patt, P., siehe Erbring, H.
Paulik, F., siehe Erdey, L.
Perry, jr., H. M. Colorimetrische Bestimmung von Fluorid 61
Perry, J. A., und Bain, G. H. Ausarbeitung einer Arbeitsvorschrift für Differential-IR-Analysen 363
Pesis, A. S., siehe Sokolova, Je. V.
Peškova, V. M., siehe Gallaj, Z. A.
Peters, E. D., siehe Wagner, C. D.
Peterson, R. E. Identifizierung von Corticosteron in menschlichem Plasma 318
Peterson, R. E., Wyngaarden, J. B., Guerra, S. L., Brodie, B. B., und Bunim, J. Bestimmung von Corticosteron 318
Pfeifer, S., siehe Miram, R.
Phifer, L. H. Calciumbestimmung in Cellulose 296
Phillips, C. Gas Chromatography 38 [L]
Pifer, C. W., siehe Schmall, M.
Pilgrim, A. J., siehe Francis, A. C.
Pilz, W. Die analytische Verwendung von Eisen(III)-Hydroxamaten. I. Mitteilung. Allgemeine Reaktionsbedingungen in wäßriger Lösung 81 [Or]
Pippen, E. L., Eyring, E. J., und Nonaka, M. Trennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone aliphatischer Aldehyde und Ketone 442
Pjatnitzkij, I. V. Bericht über die polarographische Entwicklung 286
Plötner, K., siehe Heilmeyer, L.
Podzimek, J., siehe Michalec, Č.
Poe, Ch. F., siehe Shell, J. W.
Poethke, W. Bestimmung von Chloramphenicol 303
Poós, L., siehe Györbiró, K.
Porath, J., siehe Tiselius, A.
Posgay, E., siehe Bayer, I.
Prat, J., und Colas, A. Bestimmung von Aldrin und Isodrin 394
Přibil, R., siehe Buben, F.
Prieto Bouza, A., siehe Bermejo-Martínez, F.
Pro, M. J., siehe Mathers, A. P.
Procházka, Ž., Lábler, L., und Kotásek, Z. Papierchromatographie neutraler Steroide 317. — Siehe auch Kučera, J.
Proszt, J., und Györbiró, K. Polarographische Zelle mit strömender Quecksilberelektrode 54
Proszt, J., und Kis, J. Chromatopolarographische Bestimmung in der Papierchromatographie 370
Puck, A. Bestimmung von Oestradiol, Oestron und Oestriol im peripheren Blut 317
Püschel, R., und Grubitsch, H. Jodometrische Bestimmung von Phenol in Gaswerksabwässern 154
Puffeles, M., und Nessim, N. E. Vergleich der flammenphotometrischen und chemischen Bestimmung von Natrium und Kalium in Boden, Pflanzen, Wasser und Serum 456
Puri, B. R., Singh, G., und Sharma, L. R. Untersuchung des Verhaltens der Zuckerkohle gegen Laugen 293
Purkayastha, B. C., und Pai Verneker, V. R. Radiometrische Analyse von Silber und Jod sowie von Aluminium und anderen hydrolysierbaren Ionen mit Jod-131 als Leitisotop 202
Purr, A. Nachweis der Fette der Cocosfett-Gruppe in Milchschokoladen 447, 448

Queiser, J. A., siehe Friedel, R. A.
Quinn, T. J., Jeffrey, J. G., und MacAulay, W. C. Chromatographisch-densitometrische Bestimmung von Solanaceen-Alkaloiden 218

Raaflaub, J. Bestimmung von Calcium in Plasma 226
Rabowsky, H., siehe Simon, A.
Rademaker, W., und Soons, J. B. J. Bestimmung von Aminosäuren, Peptiden und proteolytischen Aktivitäten 234
Raderecht, H.-J. Mikrobestimmung von Cholesterin im Serum 311
Rády, M., siehe Szekeres, L.
Rafailoff, R., siehe Bobtelsky, M.

Rafols Rovira, J. M. Komplexometrische Calciumbestimmung in Natriumsulfatmineralien 388
Ramírez-Muñoz, J., siehe Burriel-Martí, F.
Randall, W. A., und Burton, J. M. Bestimmung von Antibioticis in Futtermitteln 293
Rao, Bh. S. V. Raghava, siehe Bose, J. C.
Rappaport, F., und Eichhorn, F. Nachweis von Thallium in Harn und Serum 227
Rauscher, K. Untersuchung von Lebensmitteln. Einführung und Anleitung. Band I. Fleisch, Fisch, Milch, Eier, Fett 70 [L]
Rautenberg, H. W. Einfluß von Sulfat- und Selenationen auf die R_f-Werte basischer Aminosäuren 459
Ray, N. H. Überblick über die Methoden der Gaschromatographie 42
Ray Chowdhury, J. B., siehe Majumdar, A. K.
Rechnitz, G., siehe Clusius, K.
Reeder, W., siehe Russ, J. J.
Reilley, C. N., Cooke, W. D., und Furman, N. H. Potentiometrische Bestimmungen mit konstanter Stromstärke 64. — Derivate Polarographie 129. — Siehe auch Golby, R. L., sowie Hildebrand, G. P.
Reimers, F. The Basic Principles for Pharmacopoeial Tests 206 [L]
Reutenauer, G., siehe Audran, R.
Reuter, B., und Siewert, J. Ein genaues und schnelles Verfahren zur kombinierten direkten Bestimmung der Oxydationsstufe des Vanadins und des Vanadingehaltes von Metall-Vanadin-Sauerstoffverbindungen 175 [Or]
Reuther, K.-H., siehe Bayer, E.
Reynolds, S. A., siehe Moore, F. L.
Rhein, H. C., siehe Orange, M.
Ribeiro, L. P., Abreu, L. A., und Abreu, R. R. Papierelektrophorese von Serumproteinen 240
Richter, J., und Kny, L. Bestimmung von schwefliger Säure in Lebens- und Arzneimitteln 146
Richthammer, F., siehe Hörhammer, L.
Riemann, III, W., siehe Sargent, R., sowie Schwab, H.
Risdon, E. J., siehe Irving, H.
Riva, A., und Gatti, E. Colorimetrische Bestimmung von Procain, Lidocain und Adrenalin 302
Roberts, H. R. Trennung von Lactose und Monosen aus Lactosehydrolysaten 144
Roberts, H. R., und Bucek, W. Trennung von C_2- bis C_6-Fettsäuren 138
Roberts, M., siehe Ashby, R. O.
Robinson, D. Z. Differentialmethode zur Bestimmung von Lindan 379
Robinson, R. J., siehe Bovee, H. H.
Roborgh, J. R., siehe Mulder, F. J.
Rochelmeyer, H., siehe Soffel, W.
Rodkey, F. L., siehe Nathan, D. S.
Rohdewald, M., und Weber, M. Papierchromatographische Bestimmung von Phosphorverbindungen in der säurelöslichen Fraktion des Blutes 229
Romijn, G. Bestimmung von Formaldehyd in Gegenwart von Ammoniumsalzen 441
Rose, G. A. Bestimmung des ionisierten Calciums in normalem menschlichen Plasma 226
Rosen, H. Quantitative Analyse von Aminosäuregemischen 232
Rosenthal, H. L., und Sarett, H. P. Bestimmung von Vitamin B_{12} 319
Rosenthal, M., siehe Flaschka, H.
Rosenthaler, L. Beiträge zum Nachweis organischer Substanzen 438
Rosholt jr., J. N. Untersuchung von Quellen natürlicher Radioaktivität 372
Rosie, D. M., und Grob, R. L. Gaschromatographische Analyse von Kohlenwasserstoffgemischen 133
Rossini, F. D., siehe Forziati, A. F.
Rossmanith, K., siehe Brukl, A.
Rossum, J. R., siehe Taras, M. J.
Rothe, H., siehe Täufel, K.
Rotondaro, F. A. Bestimmung von Phenyläthylaminen in Arzneimitteln 217
Rubinstein, K., siehe Kjaer, A.
Ruchhoft, C. C., siehe Ettinger, M. B.
von Rudloff, E., siehe Lemieux, R. U.
Ruf, E. Photometrische Bestimmung von Zinn mit 5,7-Dibrom-8-hydroxychinolin und ihre Anwendung zur Ermittlung des nicht als 4-Oxyd vorliegenden Zinnanteils in Zinnoxyd 9 [Or]
Russ, J. J., und Reeder, W. Komplexometrische Bestimmung von Tetraäthylblei in Benzin 294
Růžička, J., siehe Čihalík, J.
Ryberg, C.-E., siehe Sjöquist, J.

Ryce, S. A., Kebarle, P., und Bryce, W. A. Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle für die Gaschromatographie 42

Sager, O. S., und Horwitz, W. Bestimmung von Histamin in Thunfischkonserven 452

Sahashi, Y., Saito, F., Yoshida, M., Nakayama, A., Miyazaki, K., und Harashima, K. Bestimmung von Vitamin A 319

Sahota, S. S., siehe Singh, B.

Saito, F., siehe Sahashi, Y.

Saito, N., und Sekine, T. Verhalten von Yttrium an einem Anionenaustauscher 120

Sakamaki, I., Ishikawa, H., und Nakamura, R. Jodometrische Bestimmung von Tetranitromethan in konz. Salpetersäure 441

Salaria, G. B. S. Verwendung von Thiosalzen in der Analyse 204. — Siehe auch Taimni, I. K.

Salgó, É. Farbreaktion von Adrenalin mit Dikaliumquecksilber(II)-tetrarhodanid 187

Salgó, É., Kis, J., und Morvay, J. Reaktion von Adrenalin mit Dikaliumquecksilber(II)-rhodanid 187

Salmon, L., siehe Irving, H.

Salo, T., und Suomalainen, H. Bestimmung von Diacetyl im Sulfitsprit 291

Salomon, G. Grundzüge der Infrarotspektroskopie 362

Sandell, E. B. Bestimmung von Nickel 391

Sano, H., siehe Kimura, K.

Sanz, M. C. Ultramikromethoden für klinisch-chemische Untersuchungen 223

Sanz-Pedrero, P. Polarographische Bestimmung kleiner Mengen Mangan neben anderen Metallen 130

Sarett, H. P., siehe Rosenthal, H. L.

Sargent, R., und Riemann III, W. Aussalz-Chromatographie der Amine 364

Sawicki, E. Erkennung von Selen 125

Scardi, V. Schnellmethode zur colorimetrischen Bestimmung von Isonicotinsäurehydrazid in Blutserum 240

Schachtschabel, P. Bestimmung des pflanzenverfügbaren Magnesiums 77

Schantz, E. J., siehe Warshowsky, B.

Scharrer, K. und Mengel, K. Bestimmung kleinster Mengen Magnesium in der agrikulturchemischen Analyse 77

Scharrer, K., und Werner, W. Polarographische Bestimmung von Ascorbinsäure in Pflanzen 79

Schejtanow, O. Relative Genauigkeit der Methode der Standardzugabe in der Polarographie 52

Schinkel, H., siehe Schuhknecht, W.

Schlenk, H., Gellermann, J. L., Tillotson, J. A., und Mangold, H. K. Qualitative und quantitative Papierchromatographie der Lipoide 314

Schmall, M., Pifer, C. W. und Wollish, E. G. Bestimmung von Ascorbinsäure 79

Schmall, M., und Wollish, E. G. Bestimmung von Panthenol und Pantothenaten in Multivitaminpräparaten 150

Schmauch, J. L., und Grubb, H. M. Bestimmung von phenolischen Verbindungen in Wasser durch UV-Absorption 153

Schmeiser, K. Radioaktive Isotope, ihre Herstellung und Anwendung 38 [L]

Schmidt, H. Vergleich verschiedener jodometrischer Verfahren zur Peroxydzahlbestimmung 147

Schmitz, A. A., siehe Metcalfe, L. D.

Schoch, H., siehe Müller, R.

Schön, H., siehe Gey, K. F.

Schröder, K. H. Einfluß des Papieres als Ionenaustauscher bei papierchromatographischen Arbeiten 284

Schütz, E. Entfernung störender Kationen und Anionen bei der Borbestimmung 160

Schuhknecht, W., und Schinkel, H. Beitrag zur Deutung von Verdampfungs-, Zersetzungs- und Anregungsvorgängen in Flammen. Der Einfluß von Aluminium, Kieselsäure und Phosphorsäure auf die flammenphotometrische Erdalkalibestimmung 266 [Or]. — Flammenphotometrische Bestimmung von Natrium und Kalium in Brennstoffaschen 158

Schulz, M. E., Kay, H., und Mrowetz, G. Bestimmung der Trockenmasse in flüssigen Milchprodukten 449

Schumacher, H., siehe Büchi, J., sowie Kapoor, A. L.

Schurz, J., siehe Skoda, W.

Schwab, G.-M., und Neuwirth, O. Methode der kontinuierlichen Gasanalyse durch Differenzdruckverfahren 42

Schwab, H., Rieman III, W., und Vaughan, Ph. A. Gradient-Elution von Ionenaustauschern 49

Schwarberg, J. E., siehe Moshier, R. W.
Schwarz, K., und Bitancourt, A. A. Chromatographie instabiler organischer Substanzen 367
Šťigol, M. B. Alkalimetrische Bestimmung von Wismut 55
Scott-Sanchis Fluoridbestimmung 62
Seaman, W. Scintillationszähler 202
Seaman, W., Lawrence, H. C. und Craig, H. C. Bestimmung von Chlor und Brom in organischen Substanzen 378
Seehofer, F., siehe Tschesche, R.
Segovia García, F. Neue Elektrophoreseapparate 48
Seidel, K.-H. Filter als Fehlerquelle bei Serumeisenbestimmungen 400
Sekine, T., siehe Saito, N.
Seligson, D., und Hirahara, K. Bestimmung von Ammoniak in Blut, Erythrocyten und Plasma 306. — Siehe auch Shapiro, B.
Sen, B., Berg, E.W., und West, Ph.W. Indicator für Neutralisationsanalysen 373
Sen Gupta, J. G., siehe Majumdar, A. K.
Senesky, D., siehe Shapiro, B.
Seo, T., siehe Uzumasa, Y.
Serzisko, R., siehe Täufel, K.
Shaffer, P. A., siehe Somogyi, M.
Shain, I., siehe Huber, C. O.
Shapiro, B., Seligson, D., Jessar, R., Garfinkle, W., und Senesky, D. Ionenaustauscher-Verfahren zur Trennung von Harnsäure in biologischen Flüssigkeiten 320
Sharma, L. R., siehe Puri, B. R.
Sharma, N. N. Cerate-Chromate Oxidimetry. Part III 321 [Or]
Sharpless, N. E., und Munday, J. S. Infrarotabsorptionsspektren der Heteropolysäuren von Wolfram und Molybdän 435
Shaw, F. H., siehe Bentley, G. A.
Sheft, I., und Katz, J. J. Bestimmung von Sauerstoff in organischen Verbindungen 376
Shehyn, H. Bestimmung von Fluor in Ammoniumfluorid, Kryolith und Flußspat 390
Shell, J. W., Poe, Ch. F., und Witt, N. F. Physikalische und optische Eigenschaften einiger Tuberculostatica 215
Shigematsu, T., siehe Ishibashi, M.
Shōji, H., siehe Yamaguchi, K.
Shook, T. E., siehe Warshowsky, B.
Shoup, R. E. Störungen der Fluoridbestimmung 62
Siemermann, B., siehe Menke, K. H.
Siewert, J., siehe Reuter, B.
Sigalla, J., siehe Herbo, C.
Silberman, H. J. Zonenelektrophorese von Serum-β-Globulinen 307
Sill, C. W., siehe Titus, A. C.
Sillén, L. G., siehe Haglund, H.
Silverman, L., und Trego, K. Gravimetrische Bestimmung von Barium in Zirkoniummetall und einigen Zirkoniumsalzen 155
Simard, R. G., Hasegawa, I., Bandaruk, W., und Headington, C. E. Infrarotabsorptionsmessung zur Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
Šimek, J., siehe Čížalík, J.
Simon, A., und Rabowsky, H. Quantitative und qualitative Bestimmung von Imprägniersalzen im Holz 295
Singh, B., Kashyap, G. P., und Sahota, S. S. Iodine Monochloride as Volumetric Reagent. I. Determinations by Mercuric Chloride Method 357 [Or]
Singh, B., Sahota, S. S., und Singh, I. Potassium Persulphate as Volumetric Reagent. Determination of Organic Derivatives of Hydrazine 256 [Or]
Singh, B., und Singh, S. Sodium Hypochlorite as Volumetric Reagent. II. Indirect Determination of Oxidising Agents 325 [Or]
Singh, G., siehe Puri, B. R.
Singh, I., siehe Singh, B.
Singh, S., siehe Singh, B.
Single, W. V. Colorimetrische Bestimmung von Mangan mit Tetramethyldiaminodiphenylmethan 65
Sjöquist, J. Arbeitsvorschrift zur Analyse von Eiweißhydrolysaten 462. — Bestimmung von Aminosäuren als 3-Phenyl-2-thiohydantoinderivate 461. — Siehe auch Edman, P.
Sjöquist, J., Ryberg, C.-E. und Svensson, R. Apparatur zur Analyse von Aminosäuregemischen 462
Sjöstedt, G., und Gringras, L. Maßanalytische Bestimmung von Calcium und Silber in photographischem Material 291
Sjöström, E. Bestimmung von Coffein neben Antipyrin 216
Skoda, W., und Schurz, J. Stickstoffbestimmung in Hochpolymeren 259 [Or]
Slavatinskij, A. S. Bestimmung von Mangan 64

VAN SLYKE, D. D., und NEILL, J. M. Bestimmung der Gesamtkohlensäure in Blut und Plasma 396
SMALES, A. A., SMIT, J. VAN R., und IRVING, H. Bestimmung von Indiumspuren in Gesteinen 388
SMILEY, W. G. Bestimmung von Kohlenstoff in Eisen 386
SMIT, J. VAN R., siehe IRVING, H., sowie SMALES, A. A.
SMITH, G. F., MCCURDY jr., W. H., und DIEHL, H. Verwendung von Bathophenanthrolin 318
SMITH, G. F., und VERAGUTH, A. J. Bestimmung kleiner Chloratmengen in Gegenwart hoher Perchloratkonzentrationen 436
SMITH, H. A., siehe PARRISH, D. B.
SMITHIES, O. Zonenelektrophorese von Serum-β-Globulinen 307
SOFFEL, W., und ROCHELMEYER, H. Analyse der Mutterkornalkaloide 220
SOKOLOVA, JE. V., PESIS, A. S., und PANOVA, N. I. Bestimmung von Kobalt mit Diantipyrylmethan 68
SOMMERFELT, S. C., und WYNSTROOT, E. Nachweis und Bestimmung von Homogentisinsäure im Harn 310
SOMOGYI, M., SHAFFER, P. A., und HARTMANN, A. F. Abscheidung von Proteinen 232
SOONS, J. B. J., siehe RADEMAKER, W.
SPECKER, H., siehe BANKMANN, E.
SPITZY, H., MAGEE, R. J., und WILSON, C. L. Bestimmung von Rhenium 66
SPRINGER, R., und WEIGAND, H. Analytik dermatologischer und kosmetischer Salbenzubereitungen 210
SRINIVASULU, K., siehe BOSE, J. C.
STAINIER, C., LAPIÈRE, CH., und DE TIÈGE-ROBINET, S. Analytik der Barbiturate und analog wirkender Arzneistoffe 301
STALCUP, H., siehe WILLIAMS, R. W.
STAS, M. E. Bestimmung von Borsäure und Benzoesäure in Eiprodukten 451
STAUB, M., und FURRER, H. Reproduzierbarkeit der Untersuchungen von Tabakrauch 300
STEELE, E. L., und YOE, J. H. Spektrophotometrische Bestimmung von Spuren Osmium 438
STEELE, M. C., und ENGLAND, L. J. Nephelometrische Bestimmung von Arsen in Kupfer oder Kupferlegierungen 154
STEIN, W. H., und MOORE, S. Trennung von Aminosäuren 232. — Siehe auch MOORE, S.
STENGER, V. A., siehe KOLTHOFF, I. M.
STENLAKE, J. B., und WILLIAMS, W. D. Spektralphotometrische Bestimmung α,β-ungesättigter Aldehyde und Ketone mit GIRARD T-Reagens 443
STENMARK, G. A. Argentometrische Bestimmung von Epoxyden 145
STEVENSON, D. G. Untersuchung von Waschmitteln 80
STEWART, A. M., siehe BUTLER, L. O.
STOHLMANN, H., siehe AWE, A.
STONE, W. K., und HOLMES, A. H. Bestimmung von löslichem Molkenprotein 450
STRAFFORD, N., WYATT, P. F., und KERSHAW, F. G. Bestimmung von Bleispuren 159
STRANSKY, E., siehe KERN, A.
STROSS, F. H., siehe BONNAR, R. U., sowie DIMBAT, M.
STURZEBECHER, B., siehe LILIE, H.
SUDO, T., HAMAKAWA, T., und KUBOTA, M. Abwandlung der Molybdänblau-Methode zur Bestimmung geringer Phosphormengen 434
SUGÁR, E., siehe SZEKERES, L.
ŠULCEK, Z. Vanadiumbestimmung in Gesteinen 390
SULLIVAN, L. J., FRIES, R. J., MCCLENAHAN, W. S., und WILLINGHAM, CH. B. Mikrobestimmung der Dichte und des Molekulargewichts von kleinen Mengen hochsiedender Kohlenwasserstoffe 440
SULLY, B. D. Bestimmung der Peroxydzahl in Fetten 147, 447
SUN, S.-C., und HOLZMANN, R. T. Polarographische Bestimmung des Xanthatgehaltes bei der Flotation von Sulfiden 293
SUNDÉN, V., siehe SUNNER, S.
SUNNER, S., KARRMAN, K. J., und SUNDÉN, V. Amperometrische Endpunktsbestimmung bei der Trennung von Mercaptanen 367
SUOMALAINEN, H., siehe SALO, T.
SUZUKI, K., siehe GOTŌ, H.
SVEJDA, H. Untersuchungen mit einem neuen Elektrodenstopfgerät 40
SVENSSON, R., siehe SJÖQUIST, J.
SWAN, J. D., siehe MALKEMUS, J. D.
SWANN, M. H. Bestimmung von Cellulosederivaten in Anstrichstoffen 296. — Bestimmung von Nitrocellulose in Lacken 297
SWANN, M. H., und ESPOSITO, G. G. Bestimmung von Melamin-Formaldehydharzen in Lacken 297

Sweat, M. L. Bestimmung von Corticosteron 318
Swift, E., siehe Allen, H. R.
Szabolcs, I., und Szeder, A. Bestimmung von Kieselsäure und Aluminium in einem Bodenauszug 458
Szeder, A., siehe Szabolcs, I.
Szegedi, B., siehe Juhasz, B.
Szekeres, L., Rády, M., und Kardos, E. Bemerkungen zur Bestimmung von Jodat- und Perjodationen nebeneinander 430 [Or]
Szekeres, L., Sugár, E., und Papp, E. F. Bromatometrische Messungen 205
Szulczewski, D. H., und Higuchi, T. Trennung verschiedener Gase durch Gaschromatographie 283
Szyszko, H., siehe Nowicka-Jankowska, T.

Tabushi, M., siehe Ishibashi, M.
Täufel, K. Schnelltest für die Peroxydzahl 447
Täufel, K., und Rothe, H. Peroxydzahlbestimmung 447
Täufel, K., und Serzisko, R. Schnelltest zur Bestimmung der Peroxydzahl 447
Täufel, K., und Vogel, R. Peroxydzahl 447
Tai, H., und Underwood, A. L. Infrarotspektroskopische Bestimmung von Sulfationen 125
Taimni, I. K., und Lal, M. Schema der qualitativen Analyse der Anionen 375
Taimni, I. K., und Salaria, G. B. S. Verwendung von Thiosalzen in der Analyse 204
Takei, S. Photometrische Bestimmung von Quecksilber und Kupfer 119
Takeuchi, T., und Furusawa, M. Quantitative Bestimmung von Anthracen 144
Talmi, A., siehe Harel, S.
Tanaka, M. Elektroanalyse bei kontrolliertem Elektrodenpotential 50
Tananajev, I. V., und Kogan, Ja. L. Turbidimetrische Bestimmung von Jodid 63
Tandon, J. P., und Mehrotra, R. C. Studies in Bivalent Chromium Salts. Part V. Estimation of Potassium Chromate, Potassium Persulphate, Potassium Periodate, Ferric Iron, Sodium Peroxide and Hydrogen Peroxide, by the Oxidation of Leuco-Methylene Blue 31 [Or]. — Studies in Bivalent Chromium Salts. Part VI. Estimation of Mercury, Antimony, Bismuth, Gold, Platinum, Selenium and Tellurium in the Elementary Form, after Reduction with Chromous Sulphate 33 [Or]
Taras, M. J., Rossum, J. R., Frazier, R. E., und Larson, T. E. Bestimmung von Methan in Wasser 152
Tashian, R. E. Bestimmung von L-Tyrosin im menschlichen Urin 235
Tate, J. R. Analyse von Waschmitteln 80
Taylor, W. H. Formoltitration nach Sørensen 309
Tejima, S., siehe Akagi, M.
Tenkovcev, V. V. Amperometrische Bestimmung von Sulfat 59
Tennent, D. M., Whitla, J. B., und Florey, K. Trennung von Fettsäureaniliden 139
Tewari, J. D., siehe Joshi, B. C.
Thatcher, L. L. Fluor, Bestimmung in natürlichen Wässern 381. — Siehe auch Barker, F. B.
Thatcher, L. L., und Barker, F. B. Bestimmung von Uran in natürlichen Wässern 381
Thoma, J. A., und French, D. Papierchromatographie homologer Saccharide 368
Thompson, A. R., siehe Chiao, T.-T.
de Tiège-Robinet, S., siehe Stainier, C.
Tillotson, J. A., siehe Schlenk, H.
Tingey, F. H., siehe Goris, P.
Tipcova, V. G., siehe Gallaj, Z. A.
Tiselius, A., Drake, B., und Hagdahl, L. Trennung von Sarcosin und Methylamindiessigsäure 142
Tiselius, A., Hjertén, S., und Levin, Ö. Herstellung stabiler Säulen aus Calciumphosphat zum Chromatographieren von Proteinen 237
Tiselius, A., und Porath, J. Entwicklung der Säulen-Zonenelektrophorese an porösen Pulvern 46
Titus, A. C., und Sill, C. W. Volumetrische Eisenbestimmung 67
Tobias, C. A., siehe Blanquet, P.
Toepfer, E. W. Bestimmung von Pantothensäure 74
Tomásch, E., siehe Majer, J.
Tomkins, G., und Isselbacher, K. J. Bestimmung von Corticosteron 318
Tomlin, D. H., siehe Capindale, J. B.
Tomura, S., siehe Matsuura, N.
Toogood, M. J., siehe Johnson, E. A.

Torres, J. F. Bestimmung von Gesamtcholesterin im Serum 311
Trabanelli, G., siehe Cavallaro, L.
Trego, K., siehe Silverman, L.
Treherne, J. D., siehe Butler, L. O.
Treseder, R. S., siehe Lykken, L.
Troll, W., und Cannan, R. K. Trennung von Aminosäuren 232
Trombitas, R. W., siehe Chicarelli, F. S.
Truhaut, R., siehe Fabre, R.
Tryon, P. F., siehe Craig, I. T.
Tschesche, R., Grimmer, G., und Seehofer, F. Papierchromatographische Trennung von Digitalisglykosiden 305
Tucker, B. M. Calcein-Thymolphthalein-Indicator 225
Tulus, M. R., und Imre, S. Papierchromatographische Trennung und Identifizierung von Fettsäuren 292
Turba, F., und Kofranyi, E. Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Turgel, E. O. Jodometrische Bestimmung von Gallussäure 145
Tyler, jr., V. E., siehe Jones, D. D.

Udenfriend, S., und Cooper, J. R. Photometrische Bestimmung von L-Tyrosin 235
Ueberreiter, K., und Krull, W., Infrarotspektroskopie von Mischpolymerisaten aus Styrol und Acenaphthylen 296
Ueno, K. Gleichzeitige komplexometrische Bestimmung von Kupfer und Quecksilber 431
Ulmann, M., und Augustat, S. Die quantitative Bestimmung des Gehaltes an Amylose in Stärke nach der „Blauwert"-Methode unter Verwendung des Universalcolorimeters von B. Lange 337 [Or]
Ultee jr., A. J., und Hartel, J. Bestimmung der Austauschkapazität von Papieren 284
Umland, F., und Hoffmann, W. Extraktion von Magnesiumoxinat 118
Underwood, A. L., siehe Tai, H.
Urakami, C., Murahashi, H., und Kakutani, Y. Trennung der β-Isomeren von α-Glycerophosphat 140
Urbánski, T. Farbreaktion von Aldehyden mit 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure 442
Uzumasa, Y., Nishimura, M., und Seo, T. UV-spektralphotometrische Bestimmung von Eisen(III)-ionen mit Äthylendiamintetraessigsäure 437

Valcha, J. Beeinflussung colorimetrischer Eisenbestimmungsmethoden durch Überschüsse an Zink- und Cadmiumionen 68
Valić, F., siehe Weber, K.
Van der Heijde, H. B., siehe unter „H"
Vanderwater, J. W., siehe Carson jr., W. N.
Van Slyke, D. D., siehe unter „S"
Vassallo, D. A., siehe Malmstadt, H. V.
Vaughan, Ph. A., siehe Schwab, H.
Vavruch, I., und Hejtmánek, M. Papierchromatographische Trennung der Alkali- und Erdalkalichloride 285
Vavruch, I., Hejtmánek, M., und Bouzková, J. Bestimmung von Kalium, Natrium und Lithium 285
Vebersík, V., und Horová, K. Trennung des Radiums von Radium D, Radium E und Polonium durch Äthylendiamintetraacetat 401 [Or]
Veldhuis, A. H. Bestimmung von Oestriol in Plasma 317
Veraguth, A. J., siehe Smith, G. F.
Verbeek, F., siehe Bouten, J.
Vereš, K., siehe Kučera, J.
Verhage, A., siehe de Jonge, A. P.
Verovsky, M., siehe Holaday, D. A.
Vieböck, F. Korrektur für Chlor bei der Bestimmung von Schwefel in Kohle 75
Vieböck, F., und Brecher, C. Submikrobestimmung von Alkoxylgruppen 439
Vietti-Michelina, M. Chromatographische Trennung des m-Aminophenols von Natrium-p-Aminosalicylat 116 [Or]
Vita, A. Bestimmung von Schwefel in Kohle und Koks 74
Vogel, H. Chemie und Technik der Vitamine 146 [L]
Vogel, J., siehe Wenger, P.-E.
Vogel, R., siehe Täufel, K.
Volkova, A. I., und Zacharova, N. N. Bestimmung von Mikromengen Blei in metallischem Indium 383
von Rudloff, E., siehe Lemieux, R. U.

Wagner, C. D., Brown, R. H., und Peters, E. D. Bestimmung von Aminen mit Salicyladehyd 133
Wagner, F. Photometrische Bestimmung kleinster CN^-- und SCN^--Gehalte in Abwässern der Erdölverarbeitung 106 [Or]
Wagner, H., siehe Hörhammer, L.
Wagner, W., Hull, C. J., und Markle, G. E. Advanced Analytical Chemistry 280 [L]

Wakamatsu, S. Schnellbestimmung von Phosphor in Ferrophosphor 387. — Fällung von Kobalt mit Acridin und Ammoniumrhodanid 69
Walkenstein, S. S., und Knebel, C. M. Bestimmung von Schwefel-35 in biologischem Material 399
Warshowsky, B., Shook, T. E., und Schantz, E. J. Amperometrische Bestimmung von Sulfat 59
Watanabe, T., siehe Gotō, H.
Waterbury, G. R., und Bricker, C. E. Extraktion von Tantal mit 4-Methyl-2-pentanon 124
Wattenberg, J. M., Bestimmung von Vitamin B_{12} 453
Webb, J., siehe James, A. T.
Weber, K., und Valić, F. Fluorimetrie in der medizinischen Chemie 223
Weber, M., siehe Rohdewald, M.
Wegienka, L. C., siehe Mason, M.
Weigand, H., siehe Springer, R.
Weigel, W. Colorimetrie von Fettalkoholen 135. — Colorimetrische Bestimmung von Fettsäuren 136
Weiss, F., siehe Keller, W.
Weissberger, A., Technique of Organic Chemistry. Bd X 39 [L]
Weisz, H. Ringofentechnik 435. — Siehe auch Ballczo, H.
Wenger, P.-E., Monnier, D., und Vogel, J. Polarographische Bestimmung von Tyrosin 235
Werner, W., siehe Scharrer, K.
West, Ph. W., siehe Sen, B.
West, T. S., siehe Belcher, R.
Westlund, L. E., siehe Boman, H. G.
Whaley, T. P., und Gyan, J. A. Halbquantitative Bestimmung von Dithionit 434
White, Ch. E., siehe Coyle, Ch. F.
White, J. C., siehe Gilbert jr., T. W.
Whitla, J. B., siehe Tennent, D. M.
Wiebe, R., siehe Nowakowska, J.
Wilcox, L. V., siehe Hatcher, J. T.
Wilczewski, J. W., siehe Hughes, H. K.
Wilhelm, H. A., siehe Fassel, V. A.
Wilkinson, H. C., siehe Mott, R. A.
Williams, M., siehe Belcher, R.
Williams, R. W., Stalcup, H., und Fauth, M. I. Bestimmung von Ammoniumsalzen in sauren Lösungen, die noch Guanidinverbindungen enthalten 122
Williams, W. D., siehe Stenlake, J. B.
Willingham, Ch. B., siehe Sullivan, L. J.
Wilson, C. L., siehe Spitzy, H.
Wilson, C. T. R. Polarocoulometrische Methoden 370
Wirth, C. P. M. Jodometrische Bestimmung von Novalgin in 50%iger Injektionslösung 214
Witt, N. F., siehe Shell, J. W.
Wittenberger, W. Die Ausbildung der technischen Hilfskräfte des Chemikers 198 [L]. — Chemische Laboratoriumstechnik. Ein Hilfsbuch für Laboranten und Fachschüler 199 [L]
Wolff, J., siehe Carol, J.
Wollish, E. G., siehe Schmall, M.
Woodard, G., siehe Davidow, B.
Woodhead, H. B., siehe Brindle, H.
Woolford jr., H. M., siehe Chiccarelli, F. S.
Wright, N. Bestimmung von Ephedrin 218
Wyatt, P. F., siehe Strafford, N.
Wyngaarden, J. B., siehe Peterson, R. E.
Wynstroot, E., siehe Sommerfelt, S. C.

Yamaguchi, K., Shōji, H., und Nishimoto, K. Papierelektrophoretische Trennung von Reserpin aus den Gesamtalkaloiden von Rauwolfia serpentina Benth 222
Yamaguchi, S. Verwendung der Röntgenstrahl-Mikroskopie 41
Yamamoto, Y., siehe Ishibashi, M.
Yasuda, K., siehe Mutaguchi, M.
Yemm, E. W., und Cocking, E. C. Trennung von Aminosäuren 232
Yien, C. H., siehe Chesnin, L.
Yoe, J. H Entwicklung der photometrischen Analyse anorganischer Kationen 281. — Siehe auch Cluett, M. L., sowie Cogbill, T. C., und Steele, E. L.
Yokoyama, Y., siehe Kimura, K.
Yoshida, M., siehe Sahashi, Y.
Young, R. S. Volumetrische Nickelbestimmung mit Cyanidlösungen 131

Zaal, P., siehe Keulemans, A. I. M.
Zacharova, N. N., siehe Volkova, A. I.
Zahn, H., siehe Fritze, E. R.
Zahn, V., siehe Lykken, L.
Zijlstra, W. G., und Muller, C. J. Spektralphotometrische Bestimmung von Kohlenoxydhämoglobin und Methämoglobin in einem Drei-Komponentensystem 319
Zimmermann, G., und Bräse, G. Papierchromatographie des Cholesterins und seiner Ester 312
Zuman, P., siehe Březina, M.
Zwikker, J. Bestimmung von Kalypnon 306
Zychiewicz, Z., siehe Hubicki, W.

Sachverzeichnis

(Die Salze sind bei den betreffenden Metallen zu suchen.
Die mit [L] bezeichneten Stellen sind Literaturbesprechungen)

Abwasser, Bestimmung von Methan 152; von Phenol in Gaswerksabwässer 154; Bestimmung kleinster Mengen von CN^- und SCN^- in Abwasser der Erdölverarbeitung 106
Abwasserschlamm, Untersuchung auf Fettsäuren 137
Acenaphthylen, Infrarotspektrophotometrie von Mischpolymerisaten mit Styrol 296
Acetat, Nachweis 375; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 434
Aceton, Infrarotspektrum 282; Bestimmung 444
Acetonsemicarbazon, Bestimmung 257
Acetophenon, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Acetylaceton, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Acetylcholin, Bestimmung in frischem Gehirngewebe 232
Acridin, zur Fällung von Kobalt 69
Adenosinphosphate, Bestimmung 399
Adipinsäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Adrenalin, Reaktion mit Dikalium-Quecksilber(II)-tetrarhodanid 187; Verhalten bei der Bestimmung von Ephedrin 217; Bestimmung 302; im menschlichen Blutplasma 309
Adrenochrom, Identifizierung 187
Adsorptionsgaschromatographie, Überblick über die Methoden 42
Adsorptionsmechanismus, Untersuchung in der Verdrängungschromatographie 42
Aequilenin, Infrarotspektrum 214
Aequilin, Infrarotspektrum 214
Äthanol, Infrarotspektrum 282; Bestimmung in Tinkturen und Spirituspräparaten 210
Äthanolamin, siehe Monoäthanolamin
Äther, Farbreaktion 438; Verteilung von Eisen(III)-chlorid zwischen Wasser und Äthern 19
Ätherische Öle, Bestimmung von Citral, Zimtaldehyd und Carvon 443
Ätherische Öle (Gildemeister-Hoffmann) 208 [L]
Äthinyloestradiol, Infrarotspektrum 214
Äthinyltestosteron, Infrarotspektrum 214; Bestimmung in Arzneimitteln 214
p-Äthoxyphenylharnstoff, Bestimmung 303
Äthyläther, Farbreaktionen 438
Äthylamin, Identifizierung 364
Äthylbenzol, Bestimmung 133
Äthylbutylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 20
Äthylcrotylbarbitursäure, Bestimmung in Urin 306
Äthylcyclohexan, Bestimmung 133
Äthylcyclopentan, Bestimmung 133
Äthylen, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Äthylendiamintetraacetat, zur gravimetrischen Bestimmung von Magnesium 118; zur Trennung von Radium, Radium D, Radium E und Polonium 401
Äthylendiamintetraessigsäure, Anwendung in der Analyse 373; bei der spektralphotometrischen Bestimmung von Nickel neben Kobalt 131; Bestimmung in pharmazeutisch verwendeten ÄDTA-Präparaten 211
Äthylenoxyd, Bestimmung in der Atmosphäre 152; in begasten Lebensmitteln 454
Äthylmethylketon, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 332
Äthylmethylketon-semicarbazon, Bestimmung 257
3-Äthylpentan, Bestimmung 133
Äthylphenylamine, Bestimmung in Arzneimitteln 217
Äthylpropylketone, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
p-Äthyltoluol, Bestimmung 133
Äthylurethan, Farbreaktion mit Ketonen 438
Äthylxanthat, Bestimmung 293
Agrikulturchemische Analyse, Bestimmung von Magnesium 77
Akku-Massen, Bestimmung von Bleisulfat 59
Akrichin, Bestimmung im Harn 311

Aktivkohle, Reinigung der A-Kohle zur P_2O_5-Bestimmung 457
Alanin, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Albumin, Bestimmung der Konzentration im Serum 239
Aldehyde, Farbreaktion mit l-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure 442; Bestimmung 366; Abtrennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 442; Bestimmung α,β-ungesättigter Aldehyde 443; Charakterisierung einfacher und steroidischer Aldehyde und Ketone 444; Bestimmung aliphatischer Aldehyde neben Ketonen und Fettsäuren 442
Aldosteron, Bestimmung 444
Aldrin, Bestimmung 394; Nachweis auf Pflanzen 393
Alfalfagras, Bestimmung von Fluor mit Thoriumnitratlösung 130
Aliphatische Verbindungen, Sichtbarmachung ungesättigter Aliphaten auf Papier und in histologischen Schnitten 316
Alkalicarbonate, Bestimmung von verunreinigenden Spurenmetallen 40
Alkalichloride, papierchromatographische Trennung 285
Alkalirhodanide, Tüpfelnachweis 374
Alkaloide, oscillographisch-polarographische Identifizierung 219; Extraktion und Trennung 219; Bestimmung von Methoxylgruppen 215; Bestimmung von Solanaceen-Alkaloiden 218
n-Alkane, Erhitzungskurven binärer Gemische 133
Alkohole, Farbreaktion mit Formalin-Schwefelsäure 439
Alkoxylgruppen, Submikrobestimmung in organischen Verbindungen 439
Alkylnitrite, Tüpfelnachweise 141
Allethrin, Bestimmung 299
Aluminium, innerer Standard bei der spektrographischen Analyse von Aluminiumlegierungen 361; Bestimmung 373; radiometrische Analyse 202; Bestimmung mit Pontachrom-Blauschwarz R 119; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; papierchromatographische Trennung von Beryllium 43; Abtrennung von Uran 128; gleichzeitige Bestimmung mit Eisen 437; Bestimmung im Stahl 156; im Bodenauszug 458; Einfluß auf flammenphotometrische Erdalkalibestimmungen 266; auf die spektralphotometrische Thoriumbestimmung 433; Störung bei der Fluoridbestimmung 62; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; Einfluß auf die Osmiumbestimmung 438
Aluminiumchlorid, Einfluß auf die flammenphotometrischen Bestimmung von Calcium 268
Aluminium-Eisen-Manganbronze, Bestimmung von Kobalt 68
Aluminiumfluorid, Bestimmung von Fluor 390; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 268
Aluminiumindustrie, spektralanalytische Bestimmung nichtmetallischer Materialien 158
Aluminiumlegierungen, spektrographische Analyse mit intermittierendem Wechselstrombogen 361; spektrographische Bestimmung verschiedener Metalle 361; Bestimmung von Kupfer 155; von Cu, Mg, Mn und Si 361; von Magnesium 119; von Chrom 126
Aluminiummalonat, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung von Calcium 268
Aluminium-Manganbronzen, Bestimmung von Mangan 65
Aluminiumnitrat, Einfluß auf die flammenphotometrischen Bestimmung von Calcium 268
Aluminiumoxyd, spektrographische Bestimmung in Blei-Borosilicat-Glasfritten 289; Untersuchung in Mischungen 41; Bestimmung von Verunreinigungen 158
Aluminiumsulfat, Infrarotspektrum 125
Ameisensäure, Bestimmung in Mischungen mit Formaldehyd 321
Ameisensäureester, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 332
Amethopterin, Bestimmung in Plasma 236
Amide, Bestimmung von Ammoniak neben Amiden 396
Aminacetate, Bestimmung aliphatischer Amine 441
Amine, Bestimmung primärer Amine 441; Aussalzchromatographie 364; papierchromatographische Trennung 233; chromatographische Identifizierung von Aminen mit alkoholischen Funktionen 364; siehe auch Monoamine
4-Aminoantipyrin zur Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
Aminogruppen, Formoltitration 309

Aminoguanidin, Bestimmung mit Jodmonochlorid 357
Aminoguanidinhydrochlorid, Bestimmung 257
4-Amino-10-methyl-pteroylglutaminsäure, Bestimmung im Plasma 236
1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure, Farbreaktion mit Aldehyden 442
m-Aminophenol, Trennung von Natrium-p-Aminosalicylat 116
Aminophyllin, Bestimmung 217; in pharmazeutischen Präparaten 217
Aminosäureester, gaschromatographische Trennung 366
Aminosäuregemische, quantitative Analyse 232
Aminosäuren, Bestimmung 234; Arbeitsbedingungen der papierchromatographischen Trennung 459; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 44; papierchromatographische Trennung 233; Formoltitration der Amino- und Carboxylgruppen 309; Bestimmung als 3-Phenyl-2-thiohydantoinderivate 461; Bestimmung des Gesamtstickstoffs 463; Bestimmung des Aminostickstoffs 233, 234; Trennung jodhaltiger Aminosäuren von anorganischem Jod 236; Bestimmung der Zusammensetzung von Kartoffeleiweiß 460; Bestimmung in Futtermitteln 395; in Elfenbeinprotein 299; Einfluß von Sulfat- und Selenationen auf die R_f-Werte 459
α-Aminosäuren, Beziehungen zwischen R_f-Wert und Atomrefraktion 365; Bestimmung mit Ninhydrin 459
p-Aminosalicylsäure, Trennung von Aminophenol von Natrium-p-Aminosalicylat 116
Aminostickstoff, Bestimmung in Aminosäure und Eiweißstoffen 233; siehe auch Stickstoff
Aminoverbindungen, Bestimmung aliphatischer primärer Aminoverbindungen 133; Trennung von 56 Aminoverbindungen 233
Ammoniak, bei der massenspektrometrischen Analyse von Stickstoff aus organischen Substanzen 200; Bestimmung von Ammoniakstickstoff in Silage 80; Bestimmung in Blut, Erythrocyten und Plasma 306; Bestimmung neben Amiden in Plasma und Gewebe 396
Ammoniakate des Ammoniumnitrats, des Ammoniumrhodanids, des Natriumrhodanids und des Lithiumnitrats als Lösungsmittel in der Polarographie 53
Ammoniakstickstoff, Bestimmung im Boden 456
Ammonium, oscillopolarographische Bestimmung 371
Ammoniumion, wechselnde Wanderungsgeschwindigkeit als Fehlerquelle in der Elektrophorese 48
Ammoniumnitrat, Polarographie im flüssigen Ammoniakat 53
Ammoniumrhodanid, Polarographie im flüssigen Ammoniakat 53; zur Fällung von Kobalt 69; Tüpfelnachweis 374
Ammoniumsalze, Bestimmung in sauren Lösungen die noch Guanidinverbindungen enthalten 122; Bestimmung von Formaldehyd neben Ammoniumsalzen 441
Amperometrie, Untersuchungen 51
Amphetamin, Bestimmung 218
Ampullen, Bestimmung von Promazin und Chlorpromazin 304
Amylalkohol, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 332
n-Amylamin, Identifizierung 364
Amylose, Bestimmung in Stärke 337; in Kartoffelstärke 339
Analyse, thermische Analyse organischer Verbindungen 241; Automatisierung der Betriebsanalyse 376; Verwendung von Anionenaustauschern 287; Anwendung von Komplexonen 373; photometrische Analyse anorganischer Kationen 281; qualitative Analyse der Anionen 375; qualitative Prüfung auf Anionen 375; Indicator für Neutralisationsanalysen 373; Perjodatreaktion in der pharmazeutischen Analyse 209; Bestimmung von Magnesium in der agrikulturchemischen Analyse 77
Analyse qualitative et les réactions en solution (CHARLOT) 280 [L]
Analyse quantitative minérale (CHARLOT und BÉZIER) 39 [L]
Analyse, Volumetric Analysis (KOLTHOFF-BELCHER-STENGER-MATSUYAMA) 197 [L]
Analytical Chemistry (WAGNER-HULL-MARKLE) 280 [L]
Analytisch-chemische Messungen, Fehler 199
Ananas, Zellbestandteile 446
Anilin, Titration in wasserfreier Propionsäure als Lösungsmittel 374
Anionen, qualitative Analyse 375

Anionenaustauscher, Verwendung in der analytischen Chemie 287; Verhalten von Yttrium am Austauscher 120; Verwendung zur Trennung von Eiweißstoffen 238
Anorganische Kationen, photometrische Analyse 281; papierelektrophoretische Trennung 48
Anregungsvorgänge in Flammen, Deutung 266
Anstrichstoffe, Bestimmung von Celluloseäther und -ester 296
Anthracen, Bestimmung 144
Anthrarufin, Reagens auf Bor 282
Antibiotica, Bestimmung in Futtermitteln 293
Antimon, Abscheidungspotential 50; papierchromatographisches Verhalten der Hexachloroantimonsäure 55; Identifizierung 372; Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 33; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; papierchromatographische Trennung von Zinn 43; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Antimon(III), bromatometrische Bestimmung 205
Antimon(V), Bestimmung 204
Antioxydantien, papierchromatographische Trennung und Identifizierung 148
Antipyrin, Bestimmung von Coffein neben Antipyrin 216
Apfel, Zellbestandteile 446
Apfelblätter, Bestimmung von Metallen 393
Apfelholz, Bestimmung von Metallen 393
Apfelmark, Nachweis in den Zubereitungen verschiedener Früchte 445
Apfelquitte, Zellbestandteile 446
Apfelsinen, Zellbestandteile 446
Apparate im klinischen Laboratorium 223
Aprikosen, Zellbestandteile 446
Arabinose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; papierchromatographische Abtrennung 144
Arachidinsäure, R_f-Wert 292
Arginin, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Aristochin, Identifizierung 219
Aromaten, Analyse einfacher Aromaten 379; Abtrennung 310
Aromatische Amine, chromatographische Trennung 364
Aromatische Verbindungen, säulenchromatographische Abtrennung 310
Arsen, Elutionskonstante 287; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Bestimmung in Kupfer oder Kupferlegierungen 154; Nachweis und Bestimmung in Holz 295; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Arsen(III), bromatometrische Bestimmung 205; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48
Arsenat, Nachweis 375; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Arsenit, Nachweis 375
Arsen(III)-lösungen, Titration 286
Arsen(III)-oxyd, Bestimmung mit Jodmonochlorid 357
Arsenwasserstoff, Aufspüren in der Luft 379
Arzneibuch, Einführung der Perchlorsäuretitration 300
Arzneidrogen, Prüfung und Verarbeitung (Gstirner) 207 [L]
Arzneimittel, Bestimmung von Metallen und Nichtmetallen 373; von schwefliger Säure 147; von Phenyläthylaminen 217; von Äthinyltestosteron 214
Arzneistoffe, Nachweis von Schwermetallionen mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 209; Analytik von Barbituraten und ähnlichen Arzneistoffen 301
Ascorbinsäure, zur Bestimmung von Vanadium(V) und Cer(IV) 56; Bestimmung mit Variaminblau als Indicator 180; mit Jodmonochlorid 357; Bestimmung in Pflanzen 79
L-Ascorbinsäure, papierchromatographisches Verhalten 193
Asparagin, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Asparaginsäure, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Atebrin, Bestimmung im Harn 311
Atmosphäre, Bestimmung von Äthylenoxyd 152
Atosil, Nachweis 304
Ausbildung der technischen Hilfskräfte des Chemikers (Wittenberger) 198 [L]
Aussalzchromatographie, Anwendung 364/65
Austauschersäulen, polarographische Kontrolle der Eluate 369
Automatische spektralphotometrische Titration 41

Azelainsäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
1-Azo-2-hydroxy-3-(2,4-dimethylcarboxanilido)-naphthalin-1′(2-hydroxybenzol), Reagens auf Magnesium 282

Bacitracin, Bestimmung in Futtermitteln 293
Backwaren, Bestimmung von Thiamin 74
Bakteriologische Kontrolle bei der Überwachung von Kondensmilch und Trockenmilch 449
Barbiturate, Analytik 301
Barium, Bestimmung 373; oscillopolarographische Bestimmung 371; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Bestimmung in Zirkoniummetall und -salzen 155; in Verdampfungsprodukten von Oxydkathoden 345; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
^{140}Barium, Identifizierung 372
Bariumchlorid, zur volumetrischen Bestimmung von Sulfat 125
Bariumperoxyd, Bestimmung 206
Bariumwolframat, zur Bestimmung von Wolfram 127
Basen, Bestimmung organischer Basen 366; quartärer Basen 440; Trennung heterocyclischer Stickstoffbasen 364; maßanalytische Bestimmung pharmazeutisch wichtiger Basen in wasserfreiem Lösungsmittel 208
Basic Principles for Pharmacopoeial Tests (Reimers) 206 [L]
Bathophenanthrolin, zur Bestimmung von Corticoiden 318
Benzalazin, Bestimmung 257
Benzaldehyd, Farbreaktion 442; Bestimmung 444
Benzaldehydderivate, Bestimmung 444
Benzalsemicarbazon, Bestimmung 257
Benzamid, infrarotspektrophotometrische Untersuchung 42
Benzimidazol-selenol, zum Nachweis von Platin 162
Benzin, Bestimmung von Tetraäthylblei 294
Benzoesäure, potentiometrische Titration 369; Bestimmung in Eiprodukten 451
α-Benzoinoxim, Reagens auf Molybdän 282
Benzol, Bestimmung 133, 379; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Benzoleluat eines Bodenextraktes, chemische Zusammensetzung 458
Benzo-α-pyren, Bestimmung durch Säulenchromatographie 282
N-Benzoyl-N-phenylhydroxylamin, zur Bestimmung von Tantal 57; zur Trennung von Niob und Tantal 124
Benzthiazol-selenol-2, zum Nachweis von Platin 162
Benzylaceton, Farbreaktion 439
Benzyläthylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 20
Benzylamin, Identifizierung 364
Benzylimidazolin, Bestimmung 300
Benzylmethylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 20
Bernsteinsäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Beryll, Bestimmung von Cs und Rb 158
Beryllium, Gossypin zur colorimetrischen Bestimmung von Beryllium 93; papierchromatographische Abtrennung 424; papierchromatographische Trennung von Aluminium 43; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Betastrahler, Messung der Zerfallsrate weicher Betastrahler 201
Betriebsanalyse, Automatisierung 376
Biochemie, Anwendung der Polarographie (Březina-Zuman) 222 [L]
Biologische Flüssigkeiten, Bestimmung und Abtrennung von Harnsäure 320
Biologisches Material, Bestimmung von Blei 228; von Schwefel-35 399; von Cholesterin und seinen Estern 312; Abtrennung cancerogener Substanzen 310
Birnen, Zellbestandteile 446; Bestimmung der Ascorbinsäure 184
Birnenquitten, Zellbestandteile 446
4,4′-Bis-(dimethylamino)-benzophenon, Reagens zum Nachweis von Nitraten 123
Blätter, Bestimmung verschiedener Metalle in Apfelblättern 393
Blausäure, Aufspüren in der Luft 379
„Blauwert"-Methode zur Bestimmung der Amylose in Stärke 337
Blei, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; Untersuchung der Diffusionskoeffizienten 51; Bestimmung 204, 373; polarographische Bestimmung 53; oscillopolarographische Bestimmung 371; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Abtrennung von Palla-

dium 103; Abtrennung bei der Nickelbestimmung im Blut 400; Mikrobestimmung in metallischem Indium 383; von Spuren in Gesteinen 159; Bestimmung in Leinölfirnis 298; in biologischem Material 228; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Blei-Borosilicat-Glasfritten, Bestimmung von Aluminiumoxyd 289
Bleiglätte, Bestimmung von Silber 290
Bleisulfat, Bestimmung in aktiven Akku-Massen 59
Bleivergiftungen, Bestimmung von Calcium-Dinatriumäthylendiamin-tetraacetat 211
Bleiwolframat zur Bestimmung von Wolfram 127
Blut, Bestimmung von Calcium 226; von Kohlenmonoxyd 228; der Gesamtkohlensäure 396; von Blei 228; von Ammoniak 306; der Phosphorverbindungen in der säurelöslichen Fraktion 229; des Sauerstoffgehaltes 397; von Schwefel-35 399; von Nickel 400; von Milchsäure 232; von Fibrinogen 308; von Vitamin B_{12} 319; von Oestradiol, Oestron und Oestriol 317
Blutfette, Bestimmung von Fettsäureestern 231
Blutkörperchen, Nachweis ungesättigter Säuren in roten Blutkörperchen 139
Blutplasma, Bestimmung von Adrenalin und Noradrenalin 309
Blutserum, Bestimmung von Kalium 224; von Calcium 225; von Isonicotinsäurehydrazid 240; von Vitamin A 319
Boden, Vergleich der Bestimmungsmethoden von Kalium und Natrium 456; Bestimmung von Kieselsäure und Aluminium in einem Bodenauszug 458; des Ammoniakstickstoffs 456; der Phosphorsäure 457; der löslichen Sulfate 457; des aktiven (assimilierbaren) Mangans im Boden 457; spektralphotometrische Bestimmung von Eisen- und Calciumchelaten 458
Bodenextrakt, chemische Zusammensetzung des Benzoleluates 458
Bodenproben, Bestimmung von Natrium, Kalium und Calcium 76
Bor, colorimetrische Mikrobestimmung mit Chromotrop 2 B^1 78; photometrische Bestimmung 282; Bestimmung mit Carmin in Reaktormaterial 373; in Titanlegierungen 383; in borhaltigen Düngemitteln 160; im pflanzlichen Gewebe 392
Borat, Nachweis 375
Borosilicat-Blei-Glasfritten, Bestimmung von Aluminiumoxyd 289
Borsäure, Bestimmung in Eiprodukten 451
Brennerhöhe, Änderung in Flammenphotometern 40
Brennstoffaschen, Bestimmung von Natrium und Kalium 158
Brom, Bestimmung in organischen Substanzen 378
Bromat, Nachweis 375; indirekte Bestimmung 326
Bromatometrische Messungen 205
Brombeeren, Zellbestandteile 446
Bromessigsäure, siehe Monobromessigsäure
Bromid, Nachweis 375; in kleinsten Kristallen 62; Bestimmung 287
Brucin, Bestimmung 222
Buntmetalle, Bestimmung von Mangan 64
Butadien-(1,3), gaschromatographische Bestimmung von Verunreinigungen 76
n-Butan, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Butane, Differential-IR-Analyse der isomeren Butane 363
Butene, Differential-IR-Analyse der isomeren Butene 363
Butter, Bestimmung der Peroxydzahl 447
Buttersäure, R_f-Wert 137
Butylamin, Identifizierung von sek.- und n-Butylamin 364; Titration in wasserfreier Propionsäure als Lösungsmittel 374
p-Butylamino-salicylsäurediäthylaminoäthylester-hydrochlorid, analytisches Verhalten 213
sek.-Butylbenzol, Bestimmung 133
cis-Butylen, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
n-Butylen, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
2-tert.-Butyl-4-hydroxyanisol, Abtrennung und Bestimmung 148
2,6-di-tert.-Butyl-p-kresol, Abtrennung und Bestimmung 148
Butylmethylketon, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Butylpropylketone, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333

Cadmium, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; polarogra-

phisches Verhalten 54; Identifizierung 372; Bestimmung 382; oscillopolarographische Bestimmung 371; papierchromatographische Abtrennung 424; elektrophoretische Trennung von Kupfer 28; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Einfluß auf die Eisenbestimmung 68; auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Cadmiumnitrat, zur Fällung von Fluorid 62
Cadmiumsulfat, Infrarotspektrum 125
Caesium, Abtrennung durch Hochspannungselektrophorese 48; Bestimmung in Glimmer, Feldspat und Beryll 158
Calcein, Indicator bei der Bestimmung von Calcium in Blut 225
Calcein-Thymolphthalein, Mischindicator zur Bestimmung von Calcium 225
Calcium, Bestimmung 373; flammenphotometrische Bestimmung 76; in Gegenwart von verschiedenen Aluminiumsalzen 268; in Gegenwart von Tonerde, Kieselsäure und Phosphorsäure 274; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Bestimmung in Milch 450; komplexometrische Bestimmung in Natriumsulfatmineralien 388; Bestimmung in Phosphatierungsbädern 290; in photographischem Material 291; in Pflanzenmaterial 391; in Apfelholz und Apfelblättern 393; in Cellulose 296; in Elfenbein 299; in pharmazeutischen Calcium-ÄDTA-Produkten 211; Abtrennung von Natrium und Kalium in Lösungen von Knochen 224; komplexometrische Titration in Blutserum mit Mischindicator 225; Mikrobestimmung in Blutserum 225; Bestimmung in Plasma 226; in Serum, Plasma und Harn 225; in Blut und Urin 226; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Calciumchelate, spektralphotometrische Bestimmung bei der Bodenanalyse 458
Calcium-dinatriumäthylendiamin-tetraacetat, Wertbestimmung 211
Calcium-Hausmann, Wertbestimmung 211
Calciummetaphosphat, Bestimmung 456
Calciummineralien, Bestimmung von Magnesium 119
Calciumoxyd, Bestimmung in den Aluminiumverbindungen 158
Calciumsulfat, Infrarotspektrum 125
Calciumwolframat, zur Bestimmung von Wolfram 127
Calcon, Indicator bei der Bestimmung von Calcium 225
Campher, Nachweis 439
Cancerogene Substanzen, säulenchromatographische Abtrennung 310
Caprinsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Capronsäure, R_f-Wert 137
Capronsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 283
Caprylsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Carbazole, Abtrennung 310
Carbide, Analyse der durch Extraktion gewonnenen Carbide aus Stahl 387
Carbonat, Nachweis 375; Bestimmung in Elfenbein 299; Störung bei der Fluoridbestimmung 62
Carboxylgruppen, Formoltitration 309
Carmin, zur Bestimmung von Bor in Reaktormaterial 373
Carvon, Bestimmung 443
Cellobiose, papierchromatographische Abtrennung 144
Cellulose, Bestimmung von Calcium 296; Einfluß auf die Wanderungsgeschwindigkeit in der Elektrophorese 48
Celluloseäther, Bestimmung in Anstrichstoffen 296
Cellulosederivate, Bestimmung in Anstrichstoffen 296
Celluloseester, Bestimmung in Anstrichstoffen 296
Centrifuges et Ultracentrifuges (Duclaux) 199 [L]
Cer, Herstellung von radiochemisch reinem Cer 121; Identifizierung von Cer-141 und -143, 372; papierchromatographische Abtrennung 424; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Cer(III), spektralphotometrische Bestimmung 120; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Cer(IV), Bestimmung 431; mit Hilfe von Ascorbinsäure 56; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Ceratoxydimetrie, Verwendung 321
Cer-Eisen-Redoxsystem, voltammetrische Untersuchung 51
Cer(IV)-sulfat, Titration 286; indirekte Bestimmung 326
Cetylchinoliniumbromid, Bestimmung 440
Cetylmethylammoniumbromid, Bestimmung 440

Cetylpyridiniumbromid, Bestimmung 440
Chemie, Verwendung von Anionenaustauschern 287; Verwendung der Fluorimetrie in der medizinischen Chemie 223
Chemie und Technik der Vitamine (Vogel) 146 [L]
Chemikalien, Reinheitsprüfung 372
Chemisch-analytische Messungen, Fehler 199
Chemische Laboratoriumstechnik (Wittenberger) 199 [L]
Chemisch-klinische Untersuchungen, Ultramikromethoden 223
Chinaldinsäure als gravimetrisches Reagens 262
Chinalizarin, Reagens auf Bor 282
Chinidin, Identifizierung 219
Chinin, Identifizierung 219
Chinizarin, Reagens auf Bor 282
Chinolin-selenol-2, zum Nachweis von Platin 162
Chinotoxin, Identifizierung 220
Chlor, Bestimmung in organischen Substanzen 378
Chloramin T, indirekte Bestimmung 326
Chloramphenicol, maßanalytische Bestimmung 302
Chlorat, Nachweis 375; indirekte Bestimmung 326; Bestimmung neben viel Perchlorat 436
Chloressigsäure, siehe Monochloressigsäure
Chlorid, Bestimmung 287; photometrische Bestimmung 63; Nachweis in kleinsten Kristallen 62; Einfluß auf die Bestimmung organischer Substanzen bzw. adsorbierten Sauerstoffs mit Dichromat 153
Chloridionen, quantitative Bestimmung 62
Chlormerodrin, Bestimmung von Quecksilber 301
Chloroform, IR-Spektrum 362; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Chlorophyll a und b, chromatographische Trennung 368
Chlorpromazin, Bestimmung in Pharmaceuticis 304
Chlortetracyclin, Bestimmung in verschiedenen Produkten 149; in Futtermitteln 293
Chlorthion, Nachweis auf Pflanzen 393
Chlorwasserstoff, Aufspüren in der Luft 379
Cholesterin, Isolierung von radioaktivem freiem und verestertem Cholesterin 312; papierchromatographische Bestimmung 312; Bestimmung im Serum 311, 313; Mikrobestimmung im Serum 311; Bestimmung in Serum und in anderem biologischem Material 312
Cholesterinester, papierchromatographische Bestimmung 312; Bestimmung im Serum 311; in Serum und anderen biologischem Material 312
Cholesterylester, Bestimmung im Serum 313
Chrysazin, Reagens auf Bor 282
Chrom, Bestimmung 60, 373; flammenphotometrische Bestimmung in wäßrigen Lösungen 126; papierchromatographische Abtrennung 424; Bestimmung in Stahl 387; in Alkalicarbonaten 40; im Holz 295; Einfluß auf die spektralphotometrische Thoriumbestimmung 433; auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Chrom(III), Nachweis neben Chromat 295; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Chromat, Nachweis 375; photometrische Bestimmung 60; Titration mit Chrom(II)-salzen 31; elektrochromatographische Abtrennung 49; Nachweis von Chrom(III) neben Chromat 295; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Chromatographie, Beziehungen zwischen R_f-Wert und Atomrefraktion in der „Aussalz"-Chromatographie 365; siehe auch Verdrängungschromatographie
Chromatography, Fundamentals (Cassidy) 39 [L]
Chromatography, A Review of Principles and Applications (Lederer-Lederer) 38 [L]
Chromatopolarographische Bestimmung in der Papierchromatographie 370
Chromatoxydimetrie, Verwendungen 321
Chromotrop 2 B^1 zur Bestimmung von Bor 78
Chrom(II)-salze, Untersuchung und Verwendung als Reagens 31; Verwendung als Reagens 33
Chromvergiftungen, Bestimmung von Calcium-Dinatriumäthylendiamintetraacetat 211
Cinchonidin, Identifizierung 219
Cinchonin, Identifizierung 219
Cinchotoxin, Identifizierung 220
Citral, Bestimmung 443
Cocos, siehe Kokos
Codein, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 305

Coffein, Bestimmung neben Antipyrin 216
Conteben, optische Eigenschaften 215
Copra, Bestimmung von Äthylenoxyd 454
Copramehl, Bestimmung von Äthylenoxyd 454
Corticoide, colorimetrische Mikrobestimmung 318
Corticosteron, Bestimmung im Plasma 318
Cortison, Bestimmung 444
Coulometrie, Verwendungen und Apparatives 51; Bestimmung von gaschromatographisch getrennten Komponenten eines organischen Gemisches 366
Crackgase, Analyse 379
Cyan, Bestimmung in Abwässern der Erdölverarbeitung 106
Cyanamid, Tüpfelnachweis 374
Cyanid, Nachweis 375; Bestimmung 287
Cyanidlösungen zur volumetrischen Nickelbestimmung 131
Cyanoferrat(II), Störung bei der Quecksilber- und Kupferbestimmung 431
Cyanoferrat(III), indirekte Bestimmung 326
Cyanoferrate, Nachweise 375; Untersuchung der Diffusionskoeffizienten 51
Cyanoferrat(II)-lösungen, Titration 286
Cyclohexane, Bestimmung 133; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Cyclohexanon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 21; Bestimmung 444; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Cyclohexylamin, Titration in wasserfreier Propionsäure als Lösungsmittel 374
Cyclopentan, Bestimmung 133
Cyclopentanon, Bestimmung 444
Cylindrit, Bestimmung von Indium 389
Cystein, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Cystin, Bestimmung im Elfenbeinprotein 299; Bestimmung des Aminostickstoffs 234

Dampfzustand, Infrarotanalyse im Dampfzustand 282
Datura tatula, Extraktion und Bestimmung der Alkaloide 219
DDT, Nachweis auf Pflanzen 393
De-Acidite FF, zur Trennung von Zuckern und Zuckersäuren 143
Dead-stop-Titration, Anwendungen 286
Decahydropyren, Abtrennung 310
n-Decan, Bestimmung 133
L-Dehydroascorbinsäure, papierchromatographisches Verhalten 193
Dextran-Oligosaccharide, papierchromatographische Identifizierung 369
Diacetyl, Bestimmung im Sulfitsprit 291
Diacetylmono-2,4-dinitrophenylhydrazon, Darstellung 442
Diäthyläther zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 19; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Diäthylamin, Identifizierung 364
Diäthyldithiocarbaminat zur Bestimmung von Wismut 56
Diäthylketon, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 332
Diaminoanthrarufin, zur Bestimmung von Bor im pflanzlichen Gewebe 392
Diaminochrysazin, zur Bestimmung von Bor im pflanzlichen Gewebe 392
Di-n-amyläther zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 19
o-Dianisidin zur Bestimmung von Chromat 60
Diantipyrylmethan, Anwendbarkeit bei der Kobaltbestimmung 68
Diazinon, Nachweis auf Pflanzen 393
Dibenzcarbazol, Abtrennung 310
Dibenzoylmethan, Reagens auf Uran 282
Dibenzylphenothiazin, Abtrennung 310
Dibromchinonchlorimid zur Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
5,7-Dibrom-8-hydroxychinolin zur Bestimmung von Zinn 9
Di-n-butyläther zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 19; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
2,2′-Dichinolyl zur Bestimmung von Kupfer in verschiedenen technischen Produkten 155
β,β′-Dichlordiäthyläther zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 19
Dichromat, indirekte Bestimmung 326
Dichte, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 440
Dichten von Glykol-Wasserlösungen 292
Dicyanamid, Tüpfelnachweis 374
Dieldrin, Nachweis auf Pflanzen 393
Diester, Bestimmung in Polyäthylenglykol-Fettsäureestern 75
Differenzdruckverfahren in der Gasanalyse 42

Diffusion (Jost) 198 [L]
Diffusionskoeffizienten Bestimmung an Mikroelektroden 50
Digalakturonsäure, Einfluß auf die Bestimmung von Oligouroniden 143
Digitalis ferruginea, Untersuchung des fetten Öles aus Samen 292
Digitalis lanata, Isolierung und Auftrennung von Glykosiden 305
Digitonide, Nachweis mit Debye-Scherrer-Diagrammen und Infrarotspektren 316
Digitoxin, Bestimmung in Tabletten 214
Dihydroxyanthrachinon, Reagens auf Bor 282
1,2-Dihydroxybenzol-3,5-disulfonsäure, Indicator bei Neutralisationsanalysen 373
Diisoamyläther zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 19
Diisobutylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 21
Diisopropyläther zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 19
Diisopropylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 21
Dikalium-Quecksilber(II)-tetrarhodanid, Reaktion mit Adrenalin 187
2,3-Diketo-L-gulonsäure, papierchromatographisches Verhalten 193
Dilatol, Bestimmung 212
Dimefox, Bestimmung von Resten auf getrocknetem Hopfen 394
Dimethyläther, säulenchromatographische Abtrennung 365
p-Dimethylaminobenzylidenrhodanin zur Bestimmung von Silber in Bleiglätte und Mennige 290
Dimethylamino-diphenylheptanon, Bestimmung 300
4-Dimethylamino-1,2-phenylendiamin zur Erkennung von Selen 125
N-3,4-Dimethylbenzoyl-p-aminobenzolsulfonamid, Abtrennung 303
Dimethylbutan, Bestimmung 133
Dimethylcyclohexane, Bestimmung 133
1,1-Dimethylcyclopentan, Bestimmung 133
o,o'-Dimethyldithizon zur photometrischen Bestimmung von Quecksilber und Kupfer 119
Dimethylester verschiedener Säuren, gaschromatographische Trennung 284
Dimethylglyoximverfahren, zur Eisenbestimmung, Störung durch Zink und Cadmium 68
Dimethylpentane, Bestimmung 133
Dimethylsulfat, Tüpfelnachweis 135
Dimethylsulfid, bei der Bestimmung von Schwefelverbindungen 445
4,4'-(2,3-Dimethyltetramethylen-)dibrenzcatechin, Abtrennung und Bestimmung 148
Dinaphthylamin, Abtrennung 310
Dinitrobenzole, Tüpfelnachweise 141
2,4-Dinitrophenylhydrazone, aliphatischer Aldehyde und Ketone, Trennung 442
Diphenyl, Bestimmung in Orangenschalen 446
Diphenylamino-o-carbonsäure zum Nachweis von Selen 60
Diphenylaminsulfonsäure, Indicator bei der Eisenbestimmung 67
Diphenylcarbazid, Reaktion mit Vanadium(V)-salzen 123
Diphenylcarbazon, Reaktion mit Vanadium(V)-salzen 123
4,7-Diphenyl-1,10-phenanthrolin zur Mikrobestimmung von Corticoiden 318
2,3-Diphosphoglycerinsäure, Bestimmung 230
Di-n-propyläther zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 19; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Dipropylenglykol, Dichten und Refraktionsindices von wäßrigen Lösungen 292
Dipropylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 20; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 332
α,α'-Dipyridyl, zur Bestimmung von Eisen in Platinlegierungen 157; zur colorimetrischen Mikrobestimmung von Corticoiden 318
Distickstoffoxyd, gaschromatographische Abtrennung 283
Dithionit, Bestimmung 434
Dochtmethode zur Bestimmung von Schwefel in Erdöldestillaten 294
Dodecylaminacetat, Bestimmung 440
Drogen, Extraktion und Trennung der Alkaloide 219; quantitative Analyse (Garrat) 207 [L]
Düngemittel, Bestimmung von Bor 160; von Phosphor 456; von Phosphorsäure 456
Dulcin, Mikrobestimmung 303

E 605, Bestimmung in der Luft 152
Ebulliometer, Mikroebulliometer zur Molekulargewichtsbestimmung 288

Echtgrau RA zur Bestimmung von Molybdän 127
Edelmetalle, elektrophoretische Trennung 47
Edelmetallspuren, Bestimmung in Gesteinen 161
Eiprodukte, Bestimmung von Borsäure und Benzoesäure 451
Eisen, Elutionskonstante 287; Bestimmung 373; spektrographische Bestimmung 361; colorimetrische Bestimmung als Thiocyanat 131; photometrische Bestimmung 282; volumetrische Bestimmung 67; Bestimmung mit Ferroin als Indicator 67; gleichzeitige Bestimmung mit Aluminium 437; Beeinflussung colorimetrischer Bestimmungsmethoden durch Zink und Cadmium 68; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Abtrennung des Urans 128, 289; Bestimmung in Platinlegierungen mit α,α′-Dipyridyl 157; in Alkalicarbonaten 40; in Phosphatierungsbädern 290; in Apfelholz und Apfelblättern 393; Abtrennung bei Nickelbestimmung im Blut 400; Filter als Fehlerquelle bei der Serumeisenbestimmung 400; Einfluß auf die spektralphotometrische Thoriumbestimmung 433; auf den Nachweis von Selen 60; Störung bei der Fluoridbestimmung 62; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438; Bestimmung geringern Mengen Kohlenstoff 386
Eisen(III), Nachweis kleinster Mengen 130; photometrische Bestimmung 436; UV-spektralphotometrische Bestimmung mit Äthylendiamintetraessigsäure 437; Bestimmung des Diffusionskoeffizienten 51; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Eisen-Aluminium-Manganbronze, Bestimmung von Kobalt 68
Eisen(II)-ammoniumsulfatlösungen, Titration 286
Eisenbeizlösungen, Bestimmung von Eisen(III)-nitrat in fluorwasserstoffsalpetersauren Eisenbeizlösungen 290
Eisen-Cer-Redoxsystem, voltametrische Untersuchung 51
Eisenchelate, spektralphotometrische Bestimmung bei der Bodenanalyse 458
Eisen(III)-chlorid, Extraktion mit organischen Lösungsmitteln 18
Eisen(III)-hydroxamate, analytische Verwendung 81
Eisenlegierungen, Bestimmung geringer Mengen Kohlenstoff 386
Eisen(III)-nitrat, Bestimmung in fluorwasserstoff-salpetersauren Eisenbeizlösungen 290
Eisenoxyd, Untersuchung in Mischungen 41; Bestimmung in Aluminiumverbindungen 158
Eisenoxydrot, Bestimmung von Kupfer 155
Eisen(III)-salze, Titration mit Chrom-(II)-salzen 31
Eiweiß, gravimetrische Bestimmung 237; Fraktionierung von Serumeiweiß mit Uranylacetat 239; Bestimmung der Aminosäurezusammensetzung von Kartoffeleiweiß 460
Eiweißhydrolysate, Analysenvorschrift 462
Eiweißstoffe, Chromatographie an Anionenaustauschern 238; Formoltitration 309; Kontrolle proteolytischer Abbauvorgänge 309; Bestimmung des Aminostickstoffs 233
Eiweißverbindungen, Bestimmung von SH-Gruppen 464
Elektroanalyse bei kontrolliertem Elektrodenpotential 50
Elektrochemische Analyse (Charlot und Bézier) 39 [L]
Elektrochromatographie, kontinuierliches Verfahren 49; Anordnung für rasche Trennungen 45; siehe auch Elektrophorese
Elektroden, rotierende Mikroelektroden zur Bestimmung von Diffusionskoeffizienten 50; strömende Quecksilberelektrode in der Polarographie 54
Elektrodenpotential, kontrolliertes Elektrodenpotential in der Elektroanalyse 50
Elektrodenreaktionen, Bestimmung der Elektronigkeit 52
Elektrodenstopfgerät in der Spektralanalyse 40
Elektrolyte, Bestimmung der Reste an raffiniertem Kupfer 154
Elektronigkeit, Bestimmung von Elektrodenreaktionen 52
Elektrophorese, Zonenelektrophorese mit Hilfe von Schaumgummistückchen 45; siehe auch Elektrochromatographie
Elementaranalyse, Bestimmung von Quecksilber in organischen Verbindungen 301; Analyse von Stickstoff in organischen Substanzen 200, 376;

Bestimmung von Stickstoff in Hochpolymeren 259; des Aminostickstoffs in Aminosäuren und Eiweißstoffen 233; von Sauerstoff in organischen Verbindungen 376; von Selen in organischen Substanzen 378; von Chlor und Brom in organischen Substanzen 378
Elemente des Periodensystems, R_f-Werte fast sämtlicher Elemente 43
Elfenbein, Analyse 299; Bestimmung von Ca, Mg, PO_4 und CO_3 299
Elfenbeinprotein, Bestimmung von Aminosäuren 299
Elutionsbanden, Untersuchung in der Gaschromatographie 42
Ephedrin, Bestimmung 217, 218
Epoxyde, argentometrische Bestimmung 145
Erdalkalichloride, papierchromatographische Bestimmung 285
Erdalkalimetalle, Trennung durch Hochspannungselektrophorese 48; Einfluß von Al, SiO_2 und H_3PO_4 auf die flammenphotometrische Bestimmung 266; Störung bei der Quecksilber- und Kupferbestimmung 431
Erdbeeren, Zellbestandteile 446
Erdnußfett, Nachweis in Milchschokoladen 448
Erdöldestillate, Bestimmung von Schwefel 294, 295
Erdölverarbeitung, Bestimmung von CN^- und SCN^- in den Abwässern 106
Ergocristin, Abtrennung 220
Ergocristinin, Abtrennung 220
Ergometrin, Abtrennung 220
Ergometrinin, Abtrennung 220
Ergotamin, Bestimmung 221; Abtrennung 220
Ergotaminin, Abtrennung 220
Ergotoxin, Bestimmung 221
Erio S. E., Indicator bei der chelatometrischen Bestimmung von Calcium und Magnesium in Milch 450
Erstarrungskurven zur Bestimmung von Verunreinigungen 203
Erythrocyten, Bestimmung von Ammoniak 306
Erze, Bestimmung von Wismut 55; von Mangan 64; kleiner Mengen von Nickel 391
Essigsäure, Polarographie in wasserfreier Essigsäure 53; R_f-Wert 137
Essigsäureester, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 332
Ester, Umsetzung mit Hydroxylamin zu Hydroxamsäuren 84; siehe auch Monoester
Ethisteron, Bestimmung 443
Euchinin, Identifizierung 219
Eucupin, Identifizierung 219
Europium, Trennung von Lanthan 43; Bestimmung in Samarium 120; von Samarium 120
Extraktionsmittel für Säuren 375

Fadendochtmethode zur Bestimmung von Schwefel in Erdöldestillaten 294
Faeces siehe Kot
Farbentwickelnde organische Materialien, Störung bei der Fluoridbestimmung 62
Farbstoffe, The Science of Color 198 [L]
Fast Grey RA als Indicator für die Wismutbestimmung 56; zur Bestimmung von Molybdän 127
Fehler analytisch-chemischer Messungen 199
Feldspat, Bestimmung von Rb und Cs 158
Ferroin, Indicator bei der cerimetrischen Eisenbestimmung 67
Ferronverfahren zur Eisenbestimmung. Störung durch Zink und Cadmium 68
Ferrophosphor, Bestimmung von Phosphor 387
Feste Stoffe, Reaktionen in und an festen Stoffen (Hauffe) 118 [L]
Fettalkohole, Colorimetrie 135
Fette, Bestimmung der Peroxydzahl 147; Bestimmung in Trockenmilch und Kondensmilch 449; Nachweis in Milchschokoladen 447; Raffination (Lüde) 71 [L]
Fettsäureanilide, quantitative spektralphotometrische Bestimmung 140; papierchromatographische Trennung 139
Fettsäureester, Bestimmung in Blut- und Organfetten 231
Fettsäuren, Sichtbarmachung ungesättigter Fettsäuren auf Papier und histologischen Schnitten 316; colorimetrische Bestimmung 136; Bestimmung der Lage der Doppelbindungen ungesättigter Fettsäuren 138; papierchromatographische Trennung und Identifizierung 292; papierchromatographische Trennung von C_2 bis C_6 137, 138; gaschromatographische Trennung der Oxydationsprodukte 284; Bestimmung im Serum 313; Bestimmung aliphatischer Aldehyde neben Fettsäuren 442
Feuchtigkeit, Bestimmung in Gipsproben und Superphosphaten 455; siehe auch Wasser

Fibrinogen, Bestimmung in Blut 308
Filter als Fehlerquelle bei der Serumeisenbestimmung 400
Filtrierpapier, Leitfähigkeit der adsorbierten Lösungen 285
Flammenphotometer, Änderung der Brennerhöhe 40
Flammenphotometrie, Verdampfungs-, Zersetzungs- und Anregungsvorgänge in Flammen 266; Verwendung organischer mit Wasser nicht mischbarer Lösungsmittel 328; Änderung der Brennerhöhe 40
Flavondipentosid, Identifizierung und Isolierung 151
Flavone, Chromatographie an Polyamid 150
Flecken, Auswertung auf Papierchromatogrammen 44
Fleischwaren, Nachweis von Phosphatzusätzen 451
Flüssigkeits-Scintillationszählrohr zur Bestimmung von Cholesterin in biologischem Material 312
Fluor, empfindlicher Nachweis 435; Bestimmung mit Thoriumnitratlösung 129; Bestimmung in Aluminiumfluorid, Kryolith und Flußspat 390; im Holz 295
Fluorid, Nachweis 375; Bestimmung 373; colorimetrische Bestimmung 61; Bestimmung in Wasser 381; Störung der Bestimmung durch verschiedene Stoffe 62; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 434
Fluorimeter zur Uranbestimmung 288
Fluorimetrie in der medizinischen Chemie 223
Fluormethämoglobinkomplex bei der Bestimmung von Fluorid 61
Flußspat, Bestimmung von Fluor 390
Formaldehyd, Farbreaktion 442; Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Bestimmung in Gegenwart von Ammoniumsalzen 441; in Gemischen mit Ameisensäure 321
Formaldehyd-Melaminharze, Bestimmung in Lacken 297
Formalin-Schwefelsäure zur Farbreaktion mit Alkoholen 439
Formamid, Extraktionsmittel für Lactose und Maltose aus Nahrungsmitteln 148
Formoltitration nach Sørensen 309
Frauen, Bestimmung von Oestradiol, Oestron und Oestriol im peripheren Blut 317
Fructose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Abtrennung 143
1,6-Fructosediphosphat, Bestimmung 230
Früchte, Nachweis von Apfelmark in den Zubereitungen verschiedener Früchte 445
Fumarsäure, Extraktion mit neuen Extraktionsmitteln 375
Fundamentals of Chromatography (Cassidy) 39 [L]
Furanoside, Bestimmung 212
Furfurol, Farbreaktion 442; mit verschiedenen organischen Substanzen 439
Futterkonservierungsmittel, Bestimmung von Chlortetracyclin 149
Futtermittel, Bestimmung von Aminosäuren 395; von Vitamin A 72; in Mischfuttermitteln 395; Bestimmung von Antibioticis 293

Galaktose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Bestimmung 143; papierchromatographische Abtrennung 144
Galakturonsäure, Bestimmung 143; papierchromatographische Abtrennung 144
Gallensäuren, Bestimmung 316
Galliumoxyd, Bestimmung in Aluminiumverbindungen 158
Gallussäure, jodometrische Bestimmung 145
Gasanalyse durch Differenzdruckverfahren 42
Gas Analysis (Mullen) 280 [L]
Gaschromatographie, Überblick über die Methoden 42; Untersuchung des Adsorptionsmechanismus bei der Verdrängungsgaschromatographie 42; Grundzüge gasverteilungschromatographischer Trennverfahren 366; Untersuchung der Flächen der Elutionsbanden 42; Trennung verschiedener Gase 283; zur Bestimmung von Komponenten eines organischen Gemisches 366; einfacher Gas-Verteilungschromatograph 365; Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle 42
Gas Chromatography (Phillips) 38 [Or]
Gase, Fehlerquelle bei der massenspektrometrischen Untersuchung sauerstoffhaltiger Gase durch Kohlenmonoxyd 200; Les gaz inertes . . . (Laffitte-Brusset) 117 [L]
Gasverteilungschromatographie, einfaches Gerät 365
Gaswerksabwässer, Bestimmung von Phenol 154

Gehirngewebe, Bestimmung von Acetylcholin 232
Gele, Analyse der Stoffe in kolloidalen Gelen 1
Geraniol, Farbreaktion 438
Germanium, Einfluß der Schwefelsäure bei der Analyse kleiner Mengen Germanium 432
Gesamtphosphat, Bestimmung im Blut 230
Gesamtstickstoff, Bestimmung in Silage 80
Gesteine, Bestimmung von Edelmetallspuren 161; von Bleispuren 159; von Vanadium 390; von Mangan 64
Getreideerzeugnisse, Bestimmung von Thiamin 74
Getreidekorn, Bestimmung von Fluor mit Thoriumnitratlösung 129
Gewebe, Bestimmung von Ammoniak neben Amiden 396; von Schwefel-35 399
Giftstoffe, Aufspüren in der Luft 378
Gips, Bestimmung der Feuchtigkeit und des Kristallwassers 455
Girard-T-Reagens zur Bestimmung α,β-ungesättigter Aldehyde und Ketone 443
Gitoxin, Bestimmung in Tabletten 214
Glasfritten, Bestimmung von Aluminiumoxyd in Blei-Borosilicat-Glasfritten 289
Glimmer, Bestimmung von Cs und Rb 158
Globuline, Zonenelektrophorese von Serum-β-Globulinen 307; Abtrennung von γ-Globulin 237
γ-Globulinfraktionen, Herstellung durch Fraktionierung mit Uranylacetat 239
α-D-Gluco-isosaccharinolacton, Abtrennung 143
Glucosamin, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44
Glucose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Abtrennung 143; papierchromatographische Abtrennung 144
Glucoseoxydasetest für Uringlucose 308
Glucose-1-phosphat, Bestimmung 399
Glutamin, Bestimmung von Ammoniak neben Glutamin 396
Glutaminsäure, Bestimmung 366
Glutarsäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Glyceride, Bestimmung im Serum 313
Glycerophosphat, Trennung der α- und β-Isomeren 140
Glykokoll, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Glykol-Wasserlösungen, Dichten und Refraktionsindices 292
Glykoside, Auftrennung und Isolierung aus Blättern von Digitalis lanata 305
Gold, Abscheidungspotential 50; Nachweisempfindlichkeit 162; Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 33; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Abtrennung 424; papierelektrophoretische Abtrennung 47; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; Bestimmung von Palladium neben Gold 103
Gossypin, colorimetrisches Reagens auf Beryllium 93
Gradient-Elution bei Ionenaustauschern 49
Guanidinverbindungen, Bestimmung von Ammoniumsalzen neben Guanidinverbindungen 122
Gußeisen, Bestimmung von Chrom 126

H-Säure, Farbreaktion mit Aldehyden 442
Hämatoxylin, Indicator bei Titrationen in wasserfreier Propionsäure 374
Hämocyanin, Abtrennung 237
Hämoglobin, Bestimmung der Sauerstoffsättigung 397
Hämoglobinkomplex, zur Untersuchung von Fluorid 61
Hagebutten, Zellbestandteile 446
Harn, Bestimmung von Calcium 225; Nachweis von Thallium 227; Nachweis und Bestimmung von Homogentisinsäure 310; Bestimmung von Akrichin (Atebrin, Mecaprin) im Harn 311; siehe auch Urin
Harnsäure, Abtrennung und Bestimmung in biologischen Flüssigkeiten 320; Bestimmung in Plasma und Serum 320
Harnstoff, infrarotspektroskopische Untersuchung 41; Tüpfelnachweis 140; Bestimmung 141
HCH, Nachweis auf Pflanzen 393
Heidelbeeren, Zellbestandteile 446
Helium, massenspektrometrische Mikrobestimmung 200
Heptaldehyd, Bestimmung 444
n-Heptan, Bestimmung 133
Heterocyclische Stickstoffbasen, chromatographische Trennung 364
Heterocyclische Verbindungen, säulenchromatographische Abtrennung 310
Hexachlorcyclohexan, Nachweis auf Pflanzen 393
γ-Hexachlorcyclohexan, Bestimmung in Handelspräparaten 393; im techni-

schen Isomerengemisch 298; Bestimmung des α- und γ-Isomeren im Gemisch 299
Hexachloroantimonsäure, papierchromatographisches Verhalten 55
Hexacyanoferrat(III) zur Bestimmung von Sulfiden 59
Hexahydroderivate von 20-Methylcholanthren, Abtrennung 310
Hexahydropyren, Abtrennung 310
Hexaldehyd, Bestimmung 444
n-Hexan, Bestimmung 133
Hexosediphosphat, Bestimmung 399
Hexuronsäuren, Bestimmung von Sacchariden, die Hexuronsäuren enthalten 143
Hexylenglykol, Dichten und Refraktionsindices von wäßrigen Lösungen 292
n-Hexylmethyläther, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Himbeeren, Zellbestandteile 446
Histamin, Bestimmung in Thunfischkonserven 452; Einfluß der Sulfat- und Selenationen auf den R_f-Wert von Histamin 459
Histidin, Trennung der Racemate 462; Einfluß von Sulfat- und Selenationen auf den R_f-Wert 459; Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Histologische Schnitte, Sichtbarmachung von Lipoiden 315
Hochpolymere, Bestimmung von Stickstoff 259
Hochspannungs-papierelektrophorese anorganischer Kationen 48
Holz, Bestimmung von F, Cr und As 295; Bestimmung verschiedener Metalle in Apfelholz 393; Bestimmung von Imprägniersalzen 295
Holzkohle, Reinigung der Holzkohle zur P_2O_5-Bestimmung 457
Homogenisierung bei der Überwachung von Kondensmilch und Trockenmilch 449
Homogentisinsäure, Nachweis und Bestimmung im Harn 310
Hopfen, Bestimmung von Resten von Dimefox 394
Hüttenprodukte, Bestimmung von Kupfer 155
Hunde, Bestimmung des Sauerstoffgehaltes des Blutes 397
Hydrazin, Bestimmung organischer Derivate mit Persulfat 256
Hydrazinsulfat, Bestimmung 257; mit Jodmonochlorid 357
Hydrogen Ions (Britton) 281 [L]
Hydroxamate von Eisen(III), analytische Verwendung 81
Hydroxamsäuren, Bildung aus Estern und alkalischem Hydroxylamin 84; zur Bestimmung von Vanadium 434
17-Hydroxyandrosta-1,4-dien-3-on, Bestimmung 444
Hydroxychinolin zur Fällung von Magnesium 77
Hydroxyde, Störung bei der Fluoridbestimmung 62
Hydroxylamin, Umsetzung mit Estern zu Hydroxamsäuren 84
Hydroxylysin, Bestimmung in Elfenbeinprotein 299
4-Hydroxy-3-methoxybenzal-semicarbazon, Bestimmung 257
Hydroxymethylfurfurol zum Nachweis von Phenolen 438
Hyoscin, Bestimmung 219
Hyoscyamin, Bestimmung 219
Hyperosid, Bestimmung 150
Hypochlorit als volumetrisches Reagens 325

Imprägniersalze, Bestimmung im Holz 295
Indicatoren zur Verwendung bei Titrationen mit Propionsäure als Lösungsmittel 374; Calcein-Thymolphthalein zur Titration von Calcium 225
Indium, oscillopolarographische Bestimmung 371; Bestimmung von Spuren in Gesteinen 388; ^{114}In und ^{116}In bei der Indiumbestimmung in Gesteinen 388; Bestimmung in Cylindrit 389; von Blei in metallischem Indium 383
Indolbrenztraubensäure, chromatographische Identifizierung 368
Indole, Abtrennung 310
Infrarotspektroskopie, Grundzüge 362; Arbeitsvorschrift einer Differentialanalyse 363; Anwendung im Dampfzustand 282; Analyse kleinster Mengen fester Substanzen 41; Anwendung einfacher Photometer 288
Injektionen, Bestimmung von Ca und ÄTDA 211
Injektionslösung, Bestimmung von Novalgin 214
Inosit, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44
myo-Inosit, enzymatische Bestimmung 311
Insecticid Dimefox, Nachweis von Resten auf Hopfen 394
Insecticidrückstände, Nachweis auf Pflanzenmaterial 393

Integriermotor, Eichung in der Coulometrie 51
XVI. Internationaler Kongreß für reine und angewandte Chemie, Paris 198 [L]
Inulin-Oligosaccharide, papierchromatographische Identifizierung 369
Ionen, papierelektrophoretische Trennung 28; radiometrische Analyse hydrolisierbarer Ionen mit Hilfe von Jod-131 202
Ionenaustauscher, Gradient-Elution 49; Einfluß des Papieres als Ionenaustauscher bei papierchromatographischen Arbeiten 284
Iridium, Nachweisempfindlichkeit 162; papierelektrophoretische Abtrennung 47; in Gesteinen 166; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Isoamyläthylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 21
Isoamylmethylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 21
Isoamylxanthat, Bestimmung 293
Isobutan, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Isobutylen, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Isobutylmethylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 21
Isodrin, Bestimmung 394
Isomeren-Systeme, thermische Analyse 241
Isonicotinsäurehydrazid, optische Eigenschaften 215; Bestimmung im Blutserum 240
Isonicotinsäurehydraziddiliturat, optische Eigenschaften 215
1-Isonicotinyl-2-benzylidenhydrazid, optische Eigenschaften 215
1-Isonicotinyl-2-isopropylhydrazid, optische Eigenschaften 215
Isopropyläther, Farbreaktionen 438
Isopropylamin, Identifizierung 364; Titration in wasserfreier Propionsäure als Lösungsmittel 374
Isopropylbenzol, Bestimmung 133
Isotope, Anwendung für die Analyse von Salzgemischen 202

Jod, radiometrische Analyse 202; Trennung von anorganischem Jod und jodhaltigen Aminosäuren 236; Bestimmung in Lösungen 130
Jod-131, Leitisotop bei der radiometrischen Analyse verschiedener Stoffe 202
Jodat, Nachweis 375; Bestimmung neben Perjodat 430
Jodhaltige Aminosäuren, Trennung von anorganischem Jod 236
Jodid, Nachweis 375; Bestimmung 287; turbidimetrische Bestimmung 63; Nachweis in kleinsten Kristallen 62; Bestimmung in Lösungen 130
Jodlösungen, Titration 286; Bestimmung von Jodid und Jod 130
Jodmethan, Tüpfelnachweis 135
Jodmonochlorid als volumetrisches Reagens 357
Jodometrie, Grundlagen der photometrischen Jodometrie 205
Jodstärke, Indicator bei bromatometrischen Bestimmungen 205
Johannisbeeren, Zellbestandteile 446; Bestimmung der Ascorbinsäure 184

Kämpferol-3-rhamno-4′-arabinosid, Isolierung und Identifizierung 151
Kaffeidin-nitrat, Nachweis 141
Kakothelin, Indicator bei der Eisenbestimmung 67
Kalium, flammenphotometrische Bestimmung 76; papierchromatographische Bestimmung 285; oscillopolarographische Bestimmung 371; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Trennung von Calcium in Knochenlösungen 224; Methoden zur Bestimmung in verschiedenen Produkten 456; flammenphotometrische Bestimmung in Natrium und seinen Verbindungen 167; flammenphotometrische Bestimmung in Kunstdünger 455; Bestimmung in Brennstoffaschen 158; in Apfelholz und Apfelblättern 393; im Blutserum 224
Kaliumbromat, indirekte Bestimmung 326
Kaliumchlorat, indirekte Bestimmung 326
Kaliumchromat, Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 31
Kaliumcyanoferrat(III), indirekte Bestimmung 326
Kaliumdichromat, indirekte Bestimmung 326
Kaliumhexacyanoferrat(III) zur Bestimmung von Sulfiden 59
Kaliumjodidlösungen, Titration 286
Kaliummetaperjodat, indirekte Bestimmung 326
Kaliumperjodat, Titration mit Chrom-(II)-salzen 31
Kaliumpermanganat, indirekte Bestimmung 326

Kaliumpersulfat als volumetrisches Reagens 256; Titration mit Chrom(II)-salzen 31; indirekte Bestimmung 326
Kaliumsulfat, Infrarotspektrum 125
Kaliumsuperoxyd, Bestimmung 206
Kalypnon, Bestimmung in Urin 306
Karl Fischer-Methode zur Bestimmung von Wasser in Lactose und Maltose 148
Kartoffeleiweiß, Bestimmung der Zusammensetzung der Aminosäuren 460
Kartoffelstärke, Bestimmung der Amylose 339
Kationen, photometrische Analyse anorganischer Kationen 281; Trennung auf papierchromatographischer Grundlage 423; Hochspannungspapierelektrophorese 48
Kesselspeisewasser, Bestimmung von Kohlendioxyd 380
Ketone, Farbreaktionen mit Äthylurethan 438; Verteilung von Eisen-(III)-chlorid zwischen Wasser und Ketonen 20; Bestimmung 366; α, β-ungesättigter Ketone 443; Abtrennung der 2,4-Dinitrophenylhydrazone 442; Charakterisierung und Bestimmung steroidischer Aldehyde und Ketonen 443; Bestimmung von aliphatischen Aldehyden neben Ketonen 442
Ketosteroide, Bestimmung 443; von 3- und 17-Ketosteroiden 444
Δ^4-3-Ketosteroide, Bestimmung 444
Kieselsäure, Bestimmung im Bodenauszug 458; Einfluß auf die flammenphotometrische Erdalkalibestimmung 266; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium neben Kieselsäure 274
Kirschen, Zellbestandteile 446
Klinisches Laboratorium, apparative Hilfen 223
Klinische Untersuchungen, Trennung von Aminen und Aminosäuren 233
Klinisch-chemisches Laboratorium, Ultramikromethoden 223
Knochen, Trennung von Na, K und Ca in Auflösungen von Knochen 224; Bestimmung von Fluor mit Thoriumnitratlösung 129
Kobalt, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; Anwendbarkeit von Diantipyrylmethan zur photometrischen Bestimmung 68; Fällung mit Acridin und Ammoniumrhodanid 69; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; papierchromatographische Trennung von Nickel 43; Bestimmung in Leinölfirnis 298; in Vitamin B_{12} 361; Störung bei der Quecksilber- und Kupferbestimmung 431; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438; spektralphotometrische Bestimmung von Nickel neben Kobalt 131
Kobaltchlorid, Bestimmung von Kobalt 68
Kobalt-Kupfer-Nickelkatalysator bei der Bestimmung von Mangan und Chrom in Stahl 387
Körperausscheidungen, Bestimmung von Schwefel-35 399
Kohl, Identifizierung der beim Kochen entstandenen flüchtigen Schwefelverbindungen 445
Kohle, Bestimmung von Schwefel 74
Kohlendioxyd, gaschromatographische Abtrennung 283; Bestimmung in Wasser 380
Kohlenhydrate, R_f-Werte 142
Kohlenmonoxyd, gaschromatographische Abtrennung 283; Aufspüren in der Luft 379; Bestimmung im Blut 228; Fehlerquelle bei der massenspektrometrischen Untersuchung sauerstoffhaltiger Gase 200
Kohlenoxydhämoglobin, Bestimmung 319
Kohlensäure, Bestimmung im Plasma und Blut des Säuglings 396
Kohlenstoff, Bestimmung geringer Mengen in Eisen, Stahl und Eisenlegierungen 386
Kohlenwasserstoffe, Mikrobestimmung der Dichte und des Molekulargewichtes in kleinen Mengen 440
Kohlenwasserstoffgemische, gaschromatographische Analyse 133
Kokosfett-Gruppe, Nachweis von Fetten dieser Gruppe in Milchschokoladen 447
Kokosnußöl, Bestimmung von Äthylenoxyd 454
Koks, Bestimmung von Schwefel 74
Komplexone, Anwendung in der analytischen Chemie 373
Kondensmilch, analytische Überwachung 449
Korksäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Kot, Bestimmung von Schwefel-35 399
Kreislaufmittel, bromatometrische Bestimmung 212
Kristallwasser, Bestimmung in Gipsproben und Superphosphaten 455

Kryolith, Bestimmung von Fluor 390
Kuhmilch, Nachweis von Octadecenylsäuren 139
Kunstdünger, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium 455
Kupfer, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; Untersuchung der Diffusionskoeffizienten 51; Bestimmung 373, 382; spektrographische Bestimmung 361; flammenphotometrische Bestimmung nach Extraktion als Innerkomplexverbindung 328; photometrische Bestimmung 282; polarographisches Verhalten 54; oscillopolarographische Bestimmung 371; Bestimmung mit Natriumalizarinsulfat 118; mit o,o'-Dimethyldithizon 119; gleichzeitige Bestimmung mit Quecksilber 431; papierchromatographische Abtrennung 424; elektrochromatographische Abtrennung 49; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; elektrophoretische Trennung von Cadmium 28; Abtrennung des Urans 289; Bestimmung in verschiedenen technischen Produkten 155; spektrographische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 361; Bestimmung in Alkalicarbonaten 40; der Reste von Elektrolyten, die bei der Raffination haften bleiben 154; Abtrennung bei der Nickelbestimmung im Blut 400; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438; Bestimmung von Arsen 154
Kupfer-Kobalt-Nickel-Katalysator bei der Bestimmung von Mangan und Chrom in Stahl 387
Kupferlegierungen, Bestimmung von Arsen 154
Kupferpulver, Untersuchung von Preßlingen 40
Kupfer-Zinklegierungen, Untersuchung von Preßlingen 40

Laboratorium, apparative Hilfen und Ultramikromethoden im klinischen Laboratorium 223
Lacke, Bestimmung von Nitrocellulose 297; Bestimmung von Melamin-Formaldehydharzen in Lacken 297
Lactobionsäure, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 44
Lactone, Verhalten an Anionenaustauschern 143
Lactose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Abtrennung aus Lactosehydrolysaten 144; Extraktion aus Nahrungsmitteln und Bestimmung von Wasser nach Karl Fischer 148; Bestimmung in Trockenmilch und Kondensmilch 449; in gezuckerter Kondensmilch 449
Lactosehydrolysate, Trennung von Lactose und anderen Monosen 144
Lävulinsäure, Bestimmung 444
Lampenmethode zur Bestimmung von Schwefel in Erdöldestillaten 294
Lanthan, Trennung von Europium 43
^{140}Lanthan, Identifizierung 372
Laugen, Verhalten von Zuckerkohlen gegen Laugen 293
Laurinsäure, R_f-Wert 292
Laurinsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Lebensmittel, Bestimmung von Spuren Zink 71; Bestimmung von schwefliger Säure 146; von Äthylenoxyd in begasten Lebensmitteln 454; Untersuchung (Rauscher) 70 [L]; siehe auch Nahrungsmittel
Legierungen, Bestimmung von Wismut 55; von Chrom 126; von Mangan 64
Leichtmetallegierungen, funkenspektrographische Bestimmung 361
Leinölfirnis, Bestimmung von Blei, Kobalt und Mangan 298
Lepidium Iberis, chemische Prüfung der Samen 215
Les gaz inertes, l'hydrogène, les halogènes (Lafitte-Brusset) 117 [L]
Leuchtgas, Analyse 379
Leucin, Bestimmung 366; des Aminostickstoffs 234
Leucomethylenblau, Indicator bei der Titration von Oxydationsmitteln mit Chrom(II)-salzen 31
Lidocain, colorimetrische Bestimmung 302
Ligroin, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Lindan, Bestimmung von Spuren in der Luft 379
Linolensäure, R_f-Wert 292; Nachweis in Plasma 139
Linolensäuremethylester, Bestimmung 284
Linolsäure, R_f-Wert 292
Linolsäuremethylester, Bestimmung 284
Lipoidanalyse, gaschromatographische Verfahren 366
Lipoide, qualitative und quantitative Papierchromatographie 314; Sichtbarmachung von ungesättigten Lipoiden auf Papier und histologischen Schnitten 315

Lipoproteine, elektrophoretische Bestimmung 308
Lithium, papierchromatographische Bestimmung 285; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; indirekte Bestimmung von Lithiumcarbid 382
Lithiumcarbid, Bestimmung in metallischem Lithium 382
Lithiumnitrat, Polarographie im flüssigem Ammoniak 53
Lithiumperoxyd, Bestimmung 206
Lithiumsulfat, Infrarotspektrum 125
Lösungen, spektrochemische Analyse auf Papier adsorbierter Lösungen 361; Leitfähigkeit von an Filterpapier adsorbierten Lösungen 285; Bestimmung von Wismut 55
Lösungsmittel, Verwendung organischer Lösungsmittel in der Flammenphotometrie 328; potentiometrische Bestimmung der Aciditätspotentialstufe 369; Extraktion von Eisen(III)-chlorid in organischen Lösungsmitteln 18
Lotuskeimling, papierchromatographische Untersuchung 368
Luft, Ultramikrobestimmung von Sulfiden und Schwefelwasserstoff 151; Bestimmung von Äthylenoxyd in der Atmosphäre 152; von Parathion 152; von Phosphin 379; von Spuren Lindan 379; Aufspüren von Giftstoffen 378
Lungengewebe, Bestimmung von ^{106}Rutheniumoxyd-Teilchen 231
Lysin, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
ε-N-DNP-Lysin, absolutcolorimetrische Bestimmung 414
Lysozym, Abtrennung 237
Lyxose, papierchromatographische Abtrennung 144

Magnesium, Bestimmung 118, 119, 373; spektrographische Bestimmung 361; photometrische Bestimmung 282; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Bestimmung mit ÄDTA 118; Bestimmung in Milch 450; spektrographische Bestimmung in Aluminiumlegierungen 361; Bestimmung in der agrikultur-chemischen Analyse 77; Bestimmung in Pflanzenmaterial 391; des pflanzenverfügbaren Magnesiums 77; in Apfelholz und Apfelblättern 393; in Elfenbein 299; in Serum und Urin 225; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Magnesiumoxinat, Bedingungen der Extraktion 118
Magnesiumsulfat, Infrarotspektrum 125
Malachitgrün, Indicator bei Titrationen in wasserfreier Propionsäure 374
Malathion, Nachweis auf Pflanzen 393
Maleinsäure, Extinktion mit neuen Extraktionsmitteln 375
Malonsäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Maltodextrin-Oligosaccharide, papierchromatographische Identifizierung 369
Maltose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Extraktion aus Nahrungsmitteln und Bestimmung des Wassergehaltes nach KARL FISCHER 148
Mangan, Elutionskonstante 287; Bestimmung 373; Endpunktsbestimmung bei verschiedenen Titrationsverfahren 64; genaue Endpunktsbestimmung bei der Volhardtitration sowie bei anderen Verfahren 64; Bestimmung mit Tetramethyldiaminodiphenylmethan 65; Bestimmung kleiner Mengen in Gegenwart anderer Metalle 130; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Bestimmung in technischen Produkten 64; in Aluminiumlegierungen 361; im Stahl 387; des aktiven (assimilierbaren) Mangans im Boden 457; Bestimmung in Alkalicarbonaten 40; in Apfelholz und Apfelblättern 393; in Leinölfirnis 298; Störung bei der Fluoridbestimmung 62; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Mangan-Aluminiumbronzen, Bestimmung von Mangan 65
Mangan-Eisen-Aluminiumbronze, Bestimmung von Kobalt 68
Manganoxyd, Bestimmung in Aluminiumverbindungen 158
Mannithexanitrat, Bestimmung in Tabletten neben Phenobarbital 212
Mannose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Bestimmung 212
Margarine, Bestimmung der Peroxydzahl 447; Bestimmung von Vitamin A 72, 435
Massenspektrometer mit Oberflächen-Ionenquelle zur Analyse von Uranproben 201

Massenspektrometrie, Fehler bei der Untersuchung sauerstoffhaltiger Gase durch Kohlenmonoxydbildung 200; zur Bestimmung von Uran-235 in verbrauchten Reaktorbrennelementen 201
Medizin, Anregungen der Polarographie (Březina-Zuman) 222 [L]
Medizinische Chemie, Verwendung der Fluorimetrie 223
Megaphen, Nachweis 304
Melamin-Formaldehydharze, Bestimmung in Lacken 297
Melibiose, papierchromatographische Abtrennung 144
Mennige, Bestimmung von Silber 290
Mephentermin, Bestimmung 218
Mercaprin, Bestimmung im Harn 311
Mercaptane, Bestimmung 366
2-Mercapto-benzimidazol, analytisches Reagens 101; zur Bestimmung von Palladium 132
2-Mercaptobenzthiazol als analytisches Reagens 96; zur Bestimmung von Palladium 132
2-Mercapto-chinolin, Reagens auf Edelmetalle 162
2-Mercapto-lepidin, Reagens auf Edelmetalle 162
2-Mercapto-thiazolidin, Reagens auf Edelmetalle 162
Mercuhydrin, Bestimmung von Quecksilber 301
Merthiolat, Bestimmung von Quecksilber 301
Metalle, Bestimmung von Mangan in Bunt- und Schwarzmetallen 64; in Arzneimitteln 373
Metallsäuren, Extraktionsmittel für komplexe Metallsäuren 375
Metall-Vanadin-Sauerstoffverbindungen, Bestimmung des Vanadiumgehaltes 174
Metaperjodat, indirekte Bestimmung 326
Methadon, Bestimmung 300
Methämoglobin, Bestimmung 319
Methämoglobin-Fluoridkomplex, zur Untersuchung von Fluorid 61
Methamphetamin, Bestimmung 218
Methan, Bestimmung in Wasser und Abwasser 152
Methanol, Infrarotspektrum 282; Bestimmung in Vinylacetat 298
Methimazol, Bestimmung 300
Methionin, Bestimmung 366; Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Méthodes électrochimiques d'analyse (Charlot-Bézier) 39 [L]
Methoxylgruppen, Bestimmung in Alkaloiden 215
Methylacetat, Bestimmung in Vinylacetat 298
Methyläthylketon, Infrarotspektrum 282; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 332
Methylamin, Identifizierung 364
Methylamindiessigsäure, Abtrennung 142
Methylamylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 20
Methylbutylketon, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
20-Methylcholanthren, Abtrennung 310
Methylcyclohexan, Bestimmung 133
Methylcyclohexanon, Extraktion von Eisen(III)-chlorid 21
Methylcyclopentan, Bestimmung 133
Methyldi-n-octylamin, Extraktionsmittel für Säuren 375
N-Methyldiphenylaminsulfonsäure bei der cerimetrischen Eisenbestimmung 67
Methylester von verschiedenen Säuren, gaschromatographische Trennung 284
Methylheptenon, Farbreaktion 439
Methylhexane, Bestimmung 133
Methyl-n-hexyläther, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Methylhexylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 20
Methylketone, Bestimmung 445
Methylmannoside, säulenchromatographische Trennung und Bestimmung 212
Methylmercaptoimidazol, Bestimmung 300
Methylolharnstoffe, Bestimmung 141
Methylpentan, Bestimmung 133
4-Methyl-2-pentanon zur Extraktion von Tantal 124
Methylphenyläther, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Methylphenylpiperidincarbonsäureäthylester, Bestimmung 300
Methylpropylketon zur Extraktion von Eisen(III)-chlorid 20
Methylpropylketone, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Methylschwefelsäure,Tüpfelnachweis135
Methyltestosteron, Bestimmung 443
4-Methylthio-1,2-phenylendiamin zur Erkennung von Selen 125

Methylviolett, Indicator bei Titrationen in Propionsäure 374
Michlers Keton zum Nachweis von Nitraten 123
Mikroelektroden, Bestimmung von Diffusionskoeffizienten 50
Milch, Bestimmung von Calcium und Magnesium 450; Nachweis von Octadecenylsäure in Kuhmilch 139; Überwachung von Kondensmilch und Trockenmilch 449
Milchprodukte, Bestimmung der Trokkenmasse 449
Milchsäure, Bestimmung in Blut 232
Milchschokoladen, Nachweis der Fette der Cocosfett-Gruppe 447; von Erdnußfett 448
Mineralanalyse (CHARLOT u. BEZIER) 39 [L]
Mineralien, Bestimmung von Calcium in Natriumsulfatmineralien 388; von Chrom 126
Mineralsäuren, Extraktionsmittel 375
Mirabellen, Zellbestandteile 446
Mischdünger, Siebanalyse 455
Mischfuttermittel, Bestimmung von Vitamin A 395
Mischpolymerisate von Styrol und Acenaphthylen, Infrarotspektrophotometrie 296
Mischungstemperatur zur Bestimmung des Äthanolgehaltes von Tinkturen und Spirituspräparaten 210
Molekulargewicht, Bestimmung von Kohlenwasserstoffen 440
Molekulargewichtsbestimmung mit Mikroebulliometer 288
Molkenprotein, Bestimmung 450
Molybdän, IR-Absorptionsspektrum der Heteropolysäuren 435; Identifizierung 372; Bestimmung 60; colorimetrische Mikrobestimmung mit Echtgrau RA 127; photometrische Bestimmung 282; als Molybdän(V)-rhodanidkomplex 126; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Abtrennung 424; papierchromatographische Trennung von Rhenium 43; Bestimmung im Stahl 386; in Wolframerzen 160
Molybdän(VI), Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48
Molybdänblaumethode zur Bestimmung geringer Phosphormengen 434
Molybdän-Rheniumlegierungen, Bestimmung von Rhenium 66
Molybdän(V)-rhodanidkomplex zur photometrischen Bestimmung von Molybdän 126
Molybdat, Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Molybdatoarsensäure, IR-Absorptionsspektrum des Ammoniumsalzes 435
Molybdatokieselsäure, IR-Absorptionsspektrum der freien Molybdatokieselsäure 435; des Ammoniumsalzes 435
Molybdatomangansäure, IR-Absorptionsspektrum des Ammoniumsalzes 435
Molybdatophosphorsäure, IR-Absorptionsspektrum des Ammoniumsalzes 435
Molybdatotitansäure, IR-Absorptionsspektrum des Ammoniumsalzes 435
Monoäthanolamin, Identifizierung 364
Monoamine, chromatographische Trennung primärer, sekundärer und tertiärer Monoamine 364
Monobromessigsäure, Tüpfelnachweis 135, 374
Monochloressigsäure, Tüpfelnachweis 135, 374
Monoester, Bestimmung in Polyäthylenglykol-Fettsäureestern 75
Mononitrotoluole, thermische Analyse ternärer Systeme 245
Monosaccharide, Bestimmung 143
Monosen, Abtrennung aus Lactosehydrolysaten 144
Mosatil-Bayer, Wertbestimmung 211
Multivitaminpräparate, Bestimmung von Panthenol und Pantothenaten 150
Mutterkornalkaloide, UV-spektrophotometrische Identifizierung 220
Myristinsäure, R_f-Wert 292
Myristinsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284

Nahrungsmittel, Extraktion von Lactose und Maltose zur Wasserbestimmung nach KARL FISCHER 148; siehe auch Lebensmittel
Nahrungsmittelzusätze, Bestimmung von Chlortetracyclin 149
Naphthalin, Bestimmung in Teeröl mit Hilfe von Scintillationszählern 203
1,2-Naphthochinon-4-sulfonsäure, Tüpfelnachweis 374
Naphthylaminsulfonsäuren zur photometrischen Bestimmung von Osmium 282, 438
Natrium, Bestimmung 373; flammenphotometrische Bestimmung 76; papierchromatographische Bestimmung 285; oscillopolarographische Bestimmung 371; Methoden zur Bestimmung in verschiedenen Produkten 456; papierchromatographische Abtren-

nung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Trennung von Calcium in Knochenlösungen 224; Bestimmung in Brennstoffaschen 158; flammenphotometrische Bestimmung von Kalium 167
Natriumacetat, Titration in Propionsäure als Lösungsmittel 374
Natriumäthyl-quecksilberthiosalicylat, Bestimmung von Quecksilber 301
Natriumalizarinsulfonat zur Bestimmung von Kupfer 118
Natrium-p-aminosalicylat, Abtrennung von m-Aminophenol 116
Natriumbenzoat, Titration in wasserfreier Propionsäure als Lösungmittel 374
Natriumdiäthyldithiocarbaminat, zur heterometrischen Bestimmung von Wismut 56; zum Nachweis von Schwermetallionen in Arzneistoffen 209
Natriumheparinat, Bestimmung 143
Natrium-hydroxy-quecksilber-3-methoxypropyl-2-amidosalicylacetat, Bestimmung von Quecksilber 301
Natriumhypochlorit als volumetrisches Reagens 325
Natriummethoxy-hydroxy-quecksilberpropylsuccinylharnstoff, Bestimmung von Quecksilber 301
Natriumoxyd, Bestimmung in Aluminiumverbindungen 158
Natriumperoxyd, Bestimmung 206; Titration mit Chrom(II)-salzen 31
Natriumpropionat, Titration in Propionsäure als Lösungsmittel 374
Natriumrhodanid, Polarographie im flüssigen Ammoniakat 53
Natriumsulfat, Infrarotspektrum 125
Natriumsulfatmineralien, Bestimmung von Calcium 388
Natriumsuperoxyd, Bestimmung 206
Natriumverbindungen, flammenphotometrische Bestimmung von Kalium 167
Neodym, Bestimmung in Samarium 120
Neostigmin, Bestimmung 300
Neptunium-239, Bestimmung in bestrahlten Uranproben 66
Neutralisationsanalysen, Indicator 373
Neutronen-Aktivierungsanalyse bei der Bestimmung von Indium in Cylindrit 389
Nichtmetalle, Bestimmung in Arzneimitteln 373
Nichtwäßrige Titrationen, Propionsäure als Lösungsmittel 374
Nickel, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; volumetrische Bestimmung mit Cyanidlösungen 131; spektralphotometrische Bestimmung neben Kobalt 131; papierchromatographische Abtrennung 424; elektrochromatographische Abtrennung 49; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Abtrennung des Urans 289; papierchromatographische Trennung von Kobalt 43; Bestimmung kleiner Mengen in Erzen 391; Bestimmung in Alkalicarbonaten 40; im Blut 400; Störung bei der Quecksilber- und Kupferbestimmung 431; Einfluß auf die spektralphotometrische Thoriumbestimmung 433; auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Nickelhydroxyd, Bestimmung von Sulfat 59
Nickel-Kobalt-Kupfer-Katalysator bei der Bestimmung von Mangan und Chrom im Stahl 387
Nickellegierungen, Analyse 408
Nickeloxyd, Bestimmung in Aluminiumverbindungen 158
Nickel(II)-salze, Reaktion mit Phthalimidoxim 69
Nickelsulfat, Infrarotspektrum 125
Ninhydrin, Bestimmung von α-Aminosäuren 459
Niob, Trennung von Tantal 57, 124; Bestimmung von Tantal neben Niob 57
^{95}Niob, Identifizierung 372
Nitrat, Nachweis 123, 375; Störung bei der Quecksilber- und Kupferbestimmung 431; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 434
Nitrate organischer Basen, Tüpfelnachweis 141
Nitrit, Nachweis 375
Nitroäthan, Tüpfelnachweis 134; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Nitrobenzol, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Nitrocellulose, Bestimmung in Lacken 297
Nitro-1-chlorbenzole, quantitative Bestimmung eines Gemisches 145
Nitromethan, Tüpfelnachweis 134, 135; potentiometrische Titration 369; Bestimmung von Tetranitromethan in konz. Salpetersäure 441
Nitronaphthylamine, Reagentien auf Quecksilber(II) und Cer(IV) 431

p-Nitrophenol, potentiometrische Titration 369
p-Nitrosanilin, Derivate als Reagentien auf Pd und Pt 282
Nitrosophenol zur Bestimmung phenolischer Verbindungen in Wasser 153
Nitrotoluole, siehe Mononitrotoluole
n-Nonan, Bestimmung 133
Noprylsulfamid, Abtrennung 303
Noradrenalin, Bestimmung im menschlichen Blutplasma 309
Norleucin, Bestimmung 366
Norvalin, Bestimmung 366
Novalgin, Bestimmung in 50%iger Injektionslösung 214
Nucleinsäuren, Nachweis von Proteinen neben Nucleinsäuren 307

Octadecen-(6)-säure(18), Nachweis 139
Octadecen-(11)-ylsäure, Nachweis 139
Octadecenylsäuren, Nachweis in Kuhmilch 139
n-Octan, Bestimmung 133
Öl, Untersuchung des Öls aus Samen der Digitalis ferruginea 292
Ölsäure, Nachweis 139; R_f-Wert 292
Ölsäuremethylester, Bestimmung 284
Önanthsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Oestradiol, Bestimmung im Blut 317
Oestradiol-17 α und β, Infrarotspektra 214
Oestriol, Bestimmung in Blut 317
Oestron, Infrarotspektrum 214; Bestimmung in Blut 317
Olefine, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Oleum camphoratum, Bestimmung des Äthanolgehaltes 211
Oligosaccharide, Bestimmung 143; papierchromatographische Identifizierung 369
Oligouronide, Bestimmung 143
Optochin, Identifizierung 219
Orangenschalen, Bestimmung von Diphenyl und Thioharnstoff 446
Orcin, Nachweis 438
Organfette, Bestimmung von Fettsäureestern 231
Organische Basen, Tüpfelnachweise der Nitrate 141
Organische farbentwickelnde Materialien, Störung bei der Fluoridbestimmung 62
Organische Säuren, Extraktionsmittel für organische Säuren 375; chromatographische Trennung und Identifizierung 364
Organische Selenverbindungen zum Nachweis von Platin in Gesteinen 162
Organische Stoffe, Identifizierung und Bestimmung eines Gemisches 366; Bestimmung von Wismut neben organischen Stoffen in Lösungen 55
Organische Substanzen, Chromatographie instabiler organischer Substanzen 367; Nachweise 438; Einfluß von Chlorid auf die Bestimmung in Wasser 153; massenspektrometrische Analyse des Stickstoffs 200; Bestimmung von Phosphorverbindungen 398; von Selen 378; von Chlor und Brom 378
Organische Verbindungen, thermische Analyse 241; Tüpfelnachweise 140; Beziehungen zwischen R_f-Wert und Atomrefraktion 365; Bestimmung von Quecksilber 301; Submikrobestimmung von Stickstoff 376; Bestimmung von Sauerstoff 376; Submikrobestimmung von Alkoxylgruppen 439; Bestimmung der Thionylgruppe 439
Osmium, Nachweisempfindlichkeit 162; photometrische Bestimmung 282; spektralphotometrische Bestimmung von Spuren 438; papierelektrophoretische Abtrennung 47; Bestimmung in Gesteinen 166; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Ovalbumin, Abtrennung 237
Oxalat, Nachweis 375; Bestimmung von Wismut neben Oxalat in Lösungen 55
Oxalsäure, papierchromatographisches Verhalten 193
Oxydantien, Einfluß auf den Nachweis von Selen 60
Oxydationsmittel, indirekte Bestimmung 325
Oxydationsprodukte von Fettsäuren, gaschromatographische Trennung 284
Oxydkathoden, Bestimmung von Barium und Strontium in den Verdampfungsprodukten 345; Analyse der Nickellegierungen für Oxydkathoden 408
Oxyhämoglobin, Bestimmung 319
Oxylysin, Bestimmung im Elfenbeinprotein 299
Oxytetracyclin, Bestimmung in Futtermitteln 293

Pacatal, Nachweis 304
Palladium, Nachweisempfindlichkeit 162; polarographisches Verhalten 54; Identifizierung 372; photometrische Bestimmung 282; Bestimmung mit 2-Mercaptobenzthiazol 96, 132; mit 2-Mercaptobenzimidazol 101, 132; papierelektrophoretische Abtrennung 47; Trennung und Bestimmung neben

verschiedenen Metallen 103; Bestimmung in Gesteinen 166; Einfluß auf die Osmiumbestimmung 438
Palmitinsäure, R_f-Wert 292
Palmitinsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Panthenol, Bestimmung in Multivitaminpräparaten 150
Pantothenate, Bestimmung in Multivitaminpräparaten 150
Pantothensäure, Bestimmungsmethoden 74
Papaverin, Bestimmung von Papierchromatogrammen 305
Papierchromatographie, Überblick über den Stand der Methodik 45; Einfluß des Papiers als Ionenaustauscher bei papierchromatographischen Trennungen 284; Trennungen auf kegelförmig gerolltem Papier 368; chromatopolarographische Methoden 370; Auswertung von Flecken 44; ammoniakalische Silberlösung und alkalische Permanganatlösung zur Sichtbarmachung reduzierender Stoffe auf Papierchromatogrammen 44; „Doppelchromatographie" instabiler Substanzen 367; Anordnung zu raschen Trennungen 44; R_f-Werte fast sämtlicher Elemente des Periodensystems 43; Anwendung zur Trennung von Kationen 423; chromatographische Kammer 43; automatischer Apparat zur Aufgabe von ml-Mengen auf Papierchromatogramme 368
Papiere, Bestimmung der Austauschkapazität 284; Leitfähigkeit von an Filtrierpapier adsorbierten Lösungen 285; Einfluß der Verunreinigungen auf die Wanderungsgeschwindigkeit in der Elektrophorese 48; Sichtbarmachung von ungesättigtem Lipoiden 315
Papierelektrophorese, Überblick über den Stand der Methodik 45; Anwendung zur Trennung von Ionen 28; Hochspannungspapierelektrophorese anorganischer Kationen 48; Fehler 48; neuartige Apparate 48; Gerät zur Elektrophorese nach Tiselius 46; siehe auch Hochspannungspapierelektrophorese
Paprika, Bestimmung der Ascorbinsäure in grünem Paprika 184
Paradeispaprika, Bestimmung der Ascorbinsäure 184
Paraffine, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Parathion, Bestimmung in der Luft 152; Nachweis auf Pflanzen 393
Pelargonsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Penicillin, Bestimmung in Futtermitteln 293
n-Pentan, Bestimmung 133
2,4-Pentandion zur Bestimmung primärer Aminoverbindungen 133
Peptide, Beziehungen zwischen R_f-Wert und Atomrefraktion 365; Bestimmung 234; Formoltitration 309; papierchromatographische Trennung 233
Perchlorat, Bestimmung von Chlorat neben viel Perchlorat 436
Perchlorsäuretitration als Arzneibuchmethode 300
Periodensystem, R_f-Werte fast sämtlicher Elemente 43
Perjodat, Titration mit Chrom(II)-salzen 31; Bestimmung neben Jodat 430
Perjodatreaktion in der pharmazeutischen Analyse 209
Permanganat, indirekte Bestimmung 326
Permanganatlösung, alkalische Permanganatlösung und ammoniakalische Silberlösung zur Sichtbarmachung reduzierender Stoffe auf Papierchromatogrammen 44
Peroxyde, Reaktionsgeschwindigkeiten bei der analytischen Bestimmung 206; Titration mit Chrom(II)- salzen 31
Peroxydisulfat, volumetrische Bestimmung 434
Peroxydzahl, Schnelltest 447; Vergleich verschiedener jodometrischer Verfahren zur Bestimmung 147
Persulfat als volumetrisches Reagens 256; indirekte Bestimmung 326; Titration mit Chrom(II)-salzen 31
Pethidin, Bestimmung 300
Petroläther, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Pfirsiche, Zellbestandteile 446
Pflanzen, Vergleich der Bestimmungsmethoden von Natrium und Kalium 456; Bestimmung von Ascorbinsäure 79; Nachweis von Insecticidrückständen auf Pflanzen 393
Pflanzenmaterial, Bestimmung von Calcium und Magnesium 391; von Vanadium 78
Pflanzenöle, Bestimmung von Seifen in raffinierten Ölen 147
Pflanzenverfügbares Magnesium, Bestimmung 77
Pflanzliches Gewebe, Bestimmung von Bor 392

Pflaumen, Zellbestandteile 446; Bestimmung der Ascorbinsäure 184
Pharmaceutica, Bestimmung von Quecksilber 301; Bestimmung von Aminophyllin und Phenobarbital 217; Bestimmung von Promazin und Chlorpromazin 304
Pharmaceutische Analyse, Verwendung der Perjodatreaktion 209
Pharmaceutische Basen und Säuren, Bestimmung in wasserfreier Lösung 208
Pharmaceutische Spezialitäten, Bestimmung von Vitamin B_2 73
Pharmacopoea Internationalis (Organisation Mondiale de la Santé) 206 [L]
Pharmacopocial Test, Basic Principles (Reimers) 206 [L]
Pharmazie, Anwendungen der Polarographie (Březina-Zuman) 222 [L]
1,10-Phenanthrolin zur Bestimmung von Ruthenium 437
Phenobarbital, Bestimmung in pharmazeutischen Präparaten 217; Bestimmung von Mannithexanitrat neben Phenobarbital 212
Phenol, Bestimmung in Gaswerksabwässern 154
Phenole, Farbreaktion mit Hydroxymethylfurfurol 438
Phenolische Verbindungen, Bestimmung in Wasser 153
Phenothiazin-Derivate, Nachweise 304
β-Phenyläthylamin, Bestimmung 218
Phenyläthylamine, Bestimmung in Arzneimitteln 217
Phenylalanin, Bestimmung 366; 395
n-Phenylanthranilsäure zum Nachweis von Selen 60
3-Phenyl-1,1-dimethylharnstoff, infrarotspektrophotometrische Untersuchung 41
Phenylhydrazin, Bestimmung mit Jodmonochlorid 357
Phenylhydrazinhydrochlorid, Bestimmung 257
Phenylmethyläther, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Phenylquecksilberacetat, Bestimmung von Quecksilber 301
Phenylquecksilberborat, Bestimmung von Quecksilber 301
4-Phenylsemicarbacidhydrochlorid, Bestimmung 257
4-Phenylsemicarbazon, Bestimmung mit Jodmonochlorid 357
3-Phenyl-2-thiohydantoinderivate zur Bestimmung von Aminosäuren 461
Phloroglucin, Nachweis 438
Phosphat, Nachweis 375; Bestimmung 373; Nachweis in Fleisch- und Wurstwaren 451; Bestimmung in Apfelholz und Apfelblättern 393; in Elfenbein 299; von Gesamtphosphat und anorganischem Phosphat im Blut 230; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 434; Störung bei der Fluoridbestimmung 62; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; Bestimmung von Wismut neben Phosphat in Lösungen 55
Phosphatide, papierchromatographische Untersuchung 397; Bestimmung im Serum 313
Phosphatierungsbäder, Bestimmung von verschiedenen Stoffen 290
Phosphin, Schnellbestimmung in der Luft 379
Phosphor, Bestimmung geringer Mengen nach der Molybdänblaumethode 434; Bestimmung in Ferrophosphor 387; in Düngemitteln 456; des anorganischen Phosphors in organischen Substanzen 398
Phosphorglycerat, Bestimmung 399
Phosphorpentoxyd, Reinigung der Aktivkohle zur Bestimmung 457
Phosphorsäure, Bestimmung im Boden 457; in Düngemitteln 456; der Gesamt- und citratunlöslichen Phosphorsäure in Düngemitteln 456; Bestimmung in Phosphatierungsbädern 290; Einfluß auf die flammenphotometrische Erdalkalibestimmung 266; flammenphotometrische Bestimmung von Calcium neben Phosphorsäure 274
Phosphorverbindungen, Bestimmung in organischen Substanzen 398; in der säurelöslichen Fraktion des Blutes 229
Phosphorwasserstoff, Aufspüren in der Luft 379
Photographisches Material, Bestimmung von Silber und Calcium 291
Photometer, Anwendung im infraroten und ultravioletten Spektralbereich 288
Photometrische Jodometrie, Grundlagen 205
Phthalimidoxim, Reaktion mit Nickel-(II)-salzen 69
p-Phthalsäure, potentiometrische Titration 369
Phycocyanin, Abtrennung 237
Phycoerythrin, Abtrennung 237
Pigmente, Bestimmung von Kupfer 155
Pikrinsäure, Extraktion mit neuen Extraktionsmitteln 375

Pimelinsäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Plasma, Bestimmung von Calcium 225, 226; der Gesamtkohlensäure 396; von Ammoniak 306; von Ammoniak neben Amiden 396; Nachweis ungesättigter Fettsäuren in Plasma 139; von Linolensäure 139; Bestimmung von Harnsäure 320; von Corticosteron 318
Platin, Bestimmung 204; photometrische Bestimmung 282; Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 33; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Abtrennung 424; papierelektrophoretische Abtrennung 47; Bestimmung in Gesteinen 166; Nachweisempfindlichkeit mit organischen Verbindungen 162; Einfluß auf die Osmiumbestimmung 438
Platinlegierungen, Bestimmung von Eisen mit α,α′-Dipyridyl 157
Platinmetalle, papierchromatographische Trennung 43
Plutonium, Bestimmung geringer Mengen 129
Polarocoulometrische Methoden 370
Polarographie, Bericht über die Entwicklung 286; Grundzüge und Entwicklung 286; Genauigkeit der Standardzugabe 52; Anwendung in flüssigen Salzen 53; in wasserfreier Essigsäure 53; Prinzip der Tensammetrie 61; Bestimmung der Elektronigkeit von Elektrodenreaktionen in der polarographischen Stufe 52; zur Kontrolle der Eluate aus Austauschersäulen 369; Verhalten kupferronhaltiger Uranylsalzlösungen 52; Anwendung der oscillographischen Polarographie zur Untersuchung kolloidaler Gele 1; oscillopolarographische Bestimmung verschiedener Metalle 371; Zelle mit strömender Quecksilberelektrode 54; in der Medizin, Biochemie und Pharmazie (Březina-Zuman) 222 (L)
Polonium, Extraktion 375; Abtrennung von Radium, Radium D und Radium E 401
Polyacrylnitril, Bestimmung von Stickstoff 261
Polyäthylenglykol, Bestimmung in Polyäthylenglykol-Fettsäureestern 75
Polyäthylenglykol-Fettsäureester, Bestimmung der Mono- und Diester und von Polyäthylenglykol 75
Polyamine, chromatographische Trennung 364
Polymerisate, IR-spektrophotometrische Untersuchung von Mischpolymerisaten aus Styrol und Acenaphthylen 296
Polyole, R_f-Werte 142
Polypeptide, Bestimmung des Gesamtstickstoffs 463
Polyphosphate, Bestimmung 399
Polysaccharide, Bestimmung 143
Polyvinylalkohol bei der Bestimmung von Magnesium in Serum und Urin 225
Polyvinylcarbazol, Bestimmung von Stickstoff 261
Polyvinylpyrrolidon, Bestimmung von Stickstoff 261
Pontachrom-Blauschwarz R zur Bestimmung von Aluminium 119
Poröse Pulver in der Säulen-Zonenelektrophorese 46
Porositätsbestimmung mit monochromatischer Röntgenstrahlung 203
Potentiometrie, Untersuchungen 51; Anwendungen zur Bestimmung der Aciditätspotentialstufe von Lösungsmitteln 369; bei konstantem Strom und konstanter Spannung, Anwendungen 286
Prednisolacetat, Bestimmung 444
Pregnenolonacetat, Bestimmung 444
Preißelbeeren, Zellbestandteile 446
Pritamin, Bestimmung der Ascorbinsäure 184
Procain, colorimetrische Bestimmung 302
Prolin, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Promazin, Bestimmung in Pharmaceuticis 304
Propadrin, Bestimmung 218
Propan, säulenchromatographische Abtrennung 365; Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Propanole, Infrarotspektrum 282
Propen, säulenchromatographische Abtrennung 365
Propionsäure, Lösungsmittel für Titrationen in wasserfreiem Medium 374; R_f-Wert 137
Propyläthylketon, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
N-Propylamin, Identifizierung 364
n-Propylbenzol, Bestimmung 133
Propylbutylketon, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Propylen, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76

n-Propylgallat, Abtrennung und Bestimmung 148
Propylmethylketone, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Protactinium, Extraktion des Chlorkomplexes 375; Trennung von Thorium durch Ionenaustausch 128
Protactinium-233, Bestimmung 127
Protaminsulfat, Abtrennung 237
Proteine, Herstellung stabiler Säulen zum Chromatographieren von Proteinen 237; polarographischer Nachweis 307; Bestimmung von Molkenprotein 450; Papierelektrophorese von Serumproteinen 240; Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Proteolytische Aktivitäten, Bestimmung 234
Prüfung und Verarbeitung von Arzneidrogen (Gstirner) 207 [L]
Pseudocumol, Untersuchung der Elutionsbanden 42
Purine, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 44
Pyranoside, Bestimmung 212
Pyren, Abtrennung 310
Pyridin, chromatographische Identifizierung 364
Pyrimidine, Bestimmung auf Papierchromatogrammen 44

Quantitative Analysis of Drugs (Garratt) 207 [L]
Quecksilber, Abscheidungspotential 50; Bestimmung 373; mit Chrom(II)-salzen 33; mit o,o'-Dimethyldithizon 119; gleichzeitige Bestimmung mit Kupfer 431; Abtrennung in der Analyse 204; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Abtrennung von Palladium 103; Bestimmung in organischen Verbindungen 301; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Quecksilber(I), papierchromatographische Abtrennung 424
Quecksilber(II), Bestimmung 431; papierchromatographische Abtrennung 424
Quecksilberacetat, Bestimmung von Quecksilber 301
Quecksilber(II)-chlorid bei Bestimmungen mit Jodmonochlorid 357
3-Quecksilberchlorid-2-methoxypropylharnstoff, Bestimmung von Quecksilber 301
Quecksilberelektrode, strömende Quecksilberelektrode in der Polarographie 54
Quecksilbernitrat zur Fällung von Fluorid 62
Quecksilbersalicylat, Bestimmung von Quecksilber 301
Quecksilberwolframat bei der Bestimmung von Wolfram 127
Quellen natürlicher Radioaktivität, Untersuchung 372
Quercetin zur spektralphotometrischen Bestimmung von Thorium 433; Bestimmung 150
Quercitrin, Bestimmung 150

Radioaktive Isotope, ihre Herstellung und Anwendung (Schmeiser) 38 [L]
Radioaktivität, Untersuchung von natürlichen Quellen 372
Radium, Trennung des Radiums von Radium D, Radium E und Polonium 401; Bestimmung in natürlichen Wässern 380
Raffination von Fetten und fetten Ölen (Lüde) 71 [L]
Rattengewebe, Bestimmung von Ammoniak neben Amiden 396
Rauwolfia serpentina, Analyse 222; Trennung von Reserpin aus den übrigen Alkaloiden 222
Reaktionen in und an festen Stoffen (Hauffe) 118 [L]
Reaktionsgeschwindigkeit bei der Bestimmung von Peroxyden und Superoxyden 206
Reaktorbrennelemente, Bestimmung von Uran-235 201
Reaktormaterial, Bestimmung von Bor 373
Reduktionsmittel, Einfluß auf den Nachweis von Selen 60
Reduzierende Stoffe, Reagens zur Sichtbarmachung auf Papierchromatogrammen 44
Refraktionsindices von Glykol-Wasserlösungen 292
Reserpin, Bestimmung 222; Trennung aus den Gesamtalkaloiden der Rauwolfia serpentina 222
Resinnamin, Bestimmung 222
Resorcin, Nachweis 438
Rettich, Bestimmung der Ascorbinsäure in rotem und weißem Rettich 184
Rhamnose, Bestimmung 143; papierchromatographische Abtrennung 144
Rhenium, spektralphotometrische Bestimmung 66; mikrovolumetrische Bestimmung 66; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Trennung von Molybdän 43

Rhenium-Molybdänlegierungen, Bestimmung von Rhenium 66
Rhenium-Wolframlegierungen, Bestimmung von Rhenium 66
Rhodan, Bestimmung in Abwässern der Erdölverarbeitung 106
Rhodanin, Tüpfelnachweis von Verbindungen, die Rhodanin bilden 374
Rhodium, Nachweisempfindlichkeit 162; Identifizierung 372; papierelektrophoretische Abtrennung 47; Bestimmung in Gesteinen 166; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Ribose, papierchromatographische Abtrennung 144
Röntgen-Emissionsspektralanalyse, Anwendungen 362
Röntgen-Fluorescenzanalyse, Anwendungen 362
Röntgen-Kristallstrukturanalyse, Anwendungen 362
Röntgenspektrometrie, Einfluß der Homogenität und Oberflächenbeschaffenheit der Proben 40
Röntgenstrahl-Mikroskopie, Verwendung 41
Röntgenstrahlung zur Porositätsbestimmung 203
Rubidium, Abtrennung durch Hochspannungselektrophorese 48; Bestimmung in Glimmer, Feldspat und Beryll 158
Rubidium-87, Bestimmung der Halbwertszeit 201
Ruthenium, Nachweisempfindlichkeit 162; Identifizierung 372; spektralphotometrische Bestimmung mit 1,10-Phenanthrolin 437; papierelektrophoretische Abtrennung 47; Bestimmung in Gesteinen 166; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
^{106}Rutheniumoxyd-Teilchen, Bestimmung im Lungengewebe 231
Rutin, Bestimmung 150; colorimetrische Bestimmung 454

Saccharide, Papierchromatographie homologer Saccharide 368; siehe auch Monosaccharide sowie Oligosaccharide und Polysaccharide
Saccharose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44
Säuglinge, Bestimmung der Gesamtkohlensäure in Blut und Plasma 396
Säulenchromatographie, Verwendung von desaktiviertem Silicagel 282; Herstellung stabiler Calciumphosphatsäulen zum Chromatographieren von Proteinen 237; Apparatur zur Chromatographie bei tiefen Temperaturen 365
Säulen-Zonenelektrophorese an porösen Pulvern 46
Säuren, Extraktionsmittel für Säuren 375; R_f-Werte 142; Bestimmung organischer Säuren 366; maßanalytische Bestimmung pharmazeutisch wichtiger Säuren in wasserfreien Lösungen 208; siehe auch organische Säuren
Salben, Bestimmung von Ca und ÄDTA 211
Salbenzubereitungen, Analytik dermatologischer und kosmetischer Salbenzubereitungen 210
Salicoylhydrazin, als Reagens zur Bestimmung einfacher und steroidischer Aldehyde und Ketone 444
Salicylaldehyd, Bestimmung 444
Salicylaldoxim zum Nachweis kleinster Mengen Eisen(III) 130
Salicylat, Bestimmung von Wismut neben Salicylat in Lösungen 55
Salicylhydroxamsäure zur Bestimmung von Vanadium 434
Salicylsäurehydrazid, als Reagens zur Bestimmung einfacher und steroidischer Aldehyde und Ketone 444
Salpetersäure, Extraktion mit neuen Extraktionsmitteln 375; Bestimmung von Tetranitromethan in konz. Salpetersäure 441
Salyrgan, Bestimmung von Quecksilber 301
Salze, Bestimmung quartärer Salze 440
Salzgemische, Analyse mit Hilfe radioaktiver Isotope 202
Salzsäure, Extraktion mit neuen Extraktionsmitteln 375; Einfluß auf die Extraktion von Eisen(III)-chlorid mit organischen Lösungsmitteln 21
Samarium, Bestimmung in Europium 120; Bestimmung von Neodym und Europium 120
Samen von Lepidium Iberis, chemische Prüfung 215
Sarcosin, Bestimmung 366; Abtrennung 142
Sauerstoff, gaschromatographische Abtrennung 283; Bestimmung des Sauerstoffverbrauches von Wasser 380; Bestimmung in organischen Verbindungen 376; Bestimmung des Gehaltes in Blut 397; Einfluß von Chlorid auf die Bestimmung des adsorbierten Sauerstoffes in Wasser 153

Sauerstoffgehalt, Bestimmung in Kondensmilch und Trockenmilch 450
Sauerstoff-Metall-Vanadiumverbindungen, Bestimmung des Vanadiumgehaltes 174
Sauerstoffsättigung des Hämoglobins, Bestimmung 397
Sauerstoffsäuren, Verhalten bei der Potentiometrie 369
Schaumgummistückchen bei der Zonenelektrophorese 45
Schmelzkurven zur Bestimmung von Verunreinigungen 203
Schmierfette, Apparatur zur thermischen Analyse 75
Schwarzmetalle, Bestimmung von Mangan 64
Schwefel, UV-spektralphotometrische Bestimmung von elementarem Schwefel 58; Bestimmung von kolloidalem Schwefel 58; Bestimmung in Titan und Titanlegierungen 385; in Kohle und Koks 74; in Erdöldestillaten 294; von freiem und gebundenem Schwefel in Erdöldestillaten 295
Schwefel-35, Bestimmung in biologischem Material 399
Schwefeldioxyd, Aufspüren in der Luft 379
Schwefelsäure, Extraktion mit neuen Extraktionsmitteln 375; Einfluß bei der Analyse kleiner Mengen Germanium 432
Schwefelverbindungen, Bestimmung flüchtiger Schwefelverbindungen als Schwefelwasserstoff und Dimethylsulfid 445
Schwefelwasserstoff bei der Bestimmung von Schwefelverbindungen 445; Ultramikrobestimmung in der Luft 151; Aufspüren in der Luft 379
Schweflige Säure, Bestimmung in Lebens- und Arzneimitteln 146
Schwermetalle, Nachweis in Arzneistoffen mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 209
Science of Color (Committee on Colorimetry, Opt. Soc. of America) 198 [L]
Scintillationszähler mit Natrium- oder Thalliumjodidkristall für kleine Probemengen 203; Flüssigkeitsfüllung und Sekundärelektronenvervielfacher 202
Scintillationszählrohr zur Bestimmung von radioaktivem Cholesterin in Serum 312
Sebacinsäuredimethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Seifen, Bestimmung in raffinierten Pflanzenölen 147
Selen, Erkennung 125; Nachweis in der vier- oder sechswertigen Form 60; Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 33; Abtrennung in der Analyse 204; papierchromatographische Abtrennung 424; Bestimmung in organischen Substanzen 378
Selenationen, Einfluß auf die R_f-Werte basischer Aminosäuren 459
Selenige Säure, zum Nachweis von Resorcin, Orcin und Phloroglucin 438
Selenite von Uranyl und Thorium, Untersuchung 61
Seltene Erden, papierchromatographische Trennung 43; Trennung mit Äthylendiamintetraessigsäure 432; Trennung von Thorium und Zirkonium 265; Untersuchung der Oxyde in Mischungen 41; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Semicarbazid, Bestimmung mit Jodmonochlorid 357
Semicarbazidhydrochlorid, Bestimmung 257
Serin, Bestimmung des Aminostickstoffs 234
D,L-Serin, infrarotspektrophotometrische Untersuchung 42
Serum, Vergleich der Bestimmungsmethoden von Natrium und Kalium 456; Bestimmung von Magnesium 225; Bestimmung von Calcium 225; Nachweis von Thallium 227; Filter als Fehlerquelle bei der Serumeisenbestimmung 400; Bestimmung von Harnsäure 320; der Albuminkonzentration 239; von Lipoproteinen 308; von Cholesterin 311; Mikrobestimmung von Cholesterin und Cholesterinestern 311, 312; Bestimmung von Cholesterylestern, Glyceriden, Phosphatiden, Cholesterin und freien Fettsäuren 313
Serumalbumin, Abtrennung 237
Serumeiweiß, Fraktionierung mit Uranylacetat 239
Serum-β-Globuline, Zonenelektrophorese 307
Serum-Lipoproteine, elektrophoretische Bestimmung 308
Serumproteine, Papierelektrophorese 240
Siccative, Analyse 298
Siebanalyse von Mischdüngern 455
Silage, Bestimmung von Stickstoff 80
Silber, Abscheidungspotential 50; Unsuchung des Diffusionskoeffizienten 51; Identifizierung 372; Bestimmung 373, 382; radiometrische Analyse 202;

papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung von Palladium 103; Bestimmung in Bleiglätte und Mennige 290; Bestimmung in photographischem Material 291; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Silberkatalysator, Ersatz des Silberkatalysators bei der Chrom- und Manganbestimmung 387
Silberlösung, ammoniakalische Silberlösung und Permanganatlösung zur Sichtbarmachung reduzierender Stoffe auf Papierchromatogrammen 44
Silberlote, Analyse 382
Silbernitratlösung zur Titration von Halogeniden und Cyanid 287
Silicagel, teilweise desaktiviertes Silicagel in der Säulenchromatographie 282
Silicat, Nachweis 375
Silicium, spektrographische Bestimmung 361; in Aluminiumlegierungen 361; Bestimmung in legierten Stählen 157; in Nickellegierungen für Oxydkathoden 408
Siliciumoxyd, Untersuchung in Mischungen 41; Bestimmung in den Aluminiumverbindungen 158
Solanaceen-Alkaloide, Bestimmung 218
Spektralanalyse, allgemeines Verfahren mit innerem Standard 360; intermittierender Wechselstrombogen zur Analyse von Aluminiumlegierungen 361; funkenspektrographische Analyse von Leichtmetallegierungen mit dem Spektralphotometer 361; Untersuchung von auf Papier adsorbierten Lösungen 361; Untersuchungen an einem neuen Elektrodenstopfgerät 40; Analyse nichtmetallischer Materialien in der Aluminiumindustrie 158
Spektralphotometrische Nomenklatur 363
Spektralphotometrische Titrationen 41
Spiritus camphoratus, Bestimmung des Äthanolgehaltes 211
Spiritus Menthae, Bestimmung des Äthanolgehaltes 211
Spirituspräparate, Bestimmung von Äthanol 210
Square-Wave-Titrimetrie, Anwendungen 286
Stachelbeeren, Zellbestandteile 446
Stadtgas, Analyse 379
Stärke, Bestimmung des Amylosegehaltes 337; in Kartoffelstärke 339
Stahl, röntgenspektrometrische Bestimmung der Korrosion 40; Bestimmung von Aluminium 156; Analyse der durch Extraktion gewonnenen Carbide 387; Bestimmung geringer Mengen Kohlenstoff 386; von Silicium in legierten Stählen 157; von Chrom 126; von Molybdän 386; von Mangan und Chrom 387
Standard, spektralanalytisches Verfahren mit innerem Standard 360
Standardzugabe, Genauigkeit in der Polarographie 52
Stearinsäure, R_f-Wert 292
Stearinsäuremethylester, gaschromatographische Abtrennung 284
Sterine, Nachweis mit Debye-Scherrer-Diagrammen und Infrarotspektren 316
Steroide, IR-Spektren 362; Papierchromatographie neutraler Steroide 317; Charakterisierung und Bestimmung steroidischer Aldehyde und Ketone 444
Stickstoff, gaschromatographische Abtrennung 283; Bestimmung des Aminostickstoffs 233; Submikrobestimmung in organischen Verbindungen 376; massenspektrometrische Analyse in organischen Substanzen 200; Bestimmung des Ammoniakstickstoffs im Boden 456; Bestimmung in Hochpolymeren 259; in Polypeptiden und Aminosäuren 463; in Silage 80; des Aminostickstoffs in Aminosäuren und Eiweißkörpern 233; siehe auch Aminostickstoff sowie Ammoniakstickstoff und Gesamtstickstoff
Stickstoffbasen, Trennung heterocyclischer Basen 364
Stickstoffdioxyd, Aufspüren in der Luft 379
Stickstoffmonoxyd, gaschromatographische Abtrennung 283
Stickstoffsubstanz, Bestimmung in Trockenmilch und Kondensmilch 449
Strontium, Bestimmung 373; oscillopolarographische Bestimmung 371; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Bestimmung in Verdampfungsprodukten von Oxydkathoden 345; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
^{89}Strontium, Identifizierung 372
Strontiumperoxyd, Bestimmung 206
Strychnin, Bestimmung 222
Strychninum nitricum, Reinheitsnachweis 222

Strychnos-Alkaloide, Reinheitsnachweis und Auftrennung 222
Styrol, infrarotspektrophotometrische Untersuchung von Mischpolymerisaten mit Acenaphthylen 296
Sulfadimerazin, Abtrennung 303
Sulfaguanidin, Abtrennung 303
Sulfamethizol, Abtrennung 303
Sulfanilamid, Abtrennung 303
Sulfanilsäure, infrarotspektrophotometrische Untersuchung 42
Sulfapyridin, Abtrennung 303
Sulfat, Nachweis 375; Bestimmung 373; photometrische Bestimmung 63; infrarotspektroskopische Bestimmung 125; amperometrische Bestimmung 59; Bestimmung mit Bariumchlorid 125; Bestimmung in Nickelhydroxyd 59; der löslichen Sulfate im Boden 457; Einfluß auf die Thoriumbestimmung 434; Störung bei der Fluoridbestimmung 62
Sulfathiazol, Abtrennung 303
Sulfationen, Einfluß auf die R_f-Werte basischer Aminosäuren 459
Sulfhydrylgruppen, Bestimmung in Eiweißverbindungen 464
Sulfid, Nachweis 375; Bestimmung mit Kaliumhexacyanoferrat(III) 59; Ultramikrobestimmung in der Luft 151; Bestimmung des Xanthatgehaltes bei der Flotation 293
Sulfit, Nachweis 375
Sulfitsprit, Bestimmung von Diacetyl 291
Sulfonamide, papierchromatographische und ionophoretische Trennung 303
Sulfosalicylsäure, Tüpfelnachweis 141
Superoxyde, Reaktionsgeschwindigkeiten bei der analytischen Bestimmung 206
Superphosphate, Bestimmung der Feuchtigkeit und des Kristallwassers 455
Suppositorien, Bestimmung von Promazin und Chlorpromazin 304
Suprifen, Bestimmung 212
Sympatol, Bestimmung 212

Tabakrauch, Reproduzierbarkeit der Untersuchungen 300
Tabletten, Bestimmung von Ca und ÄDTA 211; von Mannithexanitrat neben Phenobarbital 212; von Digitoxin und Gitoxin 214; von Promazin und Chlorpromazin 304; von Äthinyltestosteron 214
Tantal, Extraktion mit 4-Methyl-2-pentanon 124; Trennung von Niob 57, 124; Bestimmung neben Niob 57
Tartrat, Nachweis 375
Technetium, Identifizierung 372
Teeröl, Bestimmung von Naphthalin mit Hilfe von Scintillationszählern 203
Tellur, Identifizierung 372; Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 33; papierchromatographische Abtrennnug 424; Bestimmung in Urin 230
Tensammetrie, Prinzip und Anwendung 61
Terbium, Trennung von Thulium 43
Terephthalsäure, potentiometrische Bestimmung 369
Terpineol, Farbreaktion 438
Terpinhydrat, Farbreaktion 438
Tetraäthylblei, Bestimmung in Benzin 294
Tetrachlorkohlenstoff, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Tetragalakturonsäure, Einfluß auf die Bestimmung von Oligouroniden 143
Tetrahydropyren, Abtrennung 310
3α, 11β, 17α, 21-Tetrahydroxypregnan-20-on, Bestimmung 444
Tetramethyldiaminodiphenylmethan zur Bestimmung von Mangan 65
3, 4, 7, 8-Tetramethyl-1,10-phenanthrolineisen(II)-sulfat bei der cerimetrischen Eisenbestimmung 67
Tetranitromethan, jodometrische Bestimmung in konz. Salpetersäure 441
Tetraphenylarsoniumchlorid zur spektralphotometrischen Bestimmung von Rhenium 66
Tetraphenylborammonium zur Anreicherung von Kalium in Natrium und seinen Verbindungen 167
Thallium, Stabilitätskonstanten der Komplexe mit ÄDTE und NTE 121; Untersuchung der Diffusionskoeffizienten 51; polarographisches Verhalten 54; polarographische Bestimmung 53, 121; oscillopolarographische Bestimmung 371; Nachweis in Harn und Serum 226; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Thallium(I), papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48
Theophyllin, Bestimmung 217
Thiamin, Bestimmung in angereicherten Getreideerzeugnissen und Backwaren 74
Thiocyanat, Nachweis 375; Verwendung zur Bestimmung von Eisen 131
Thioharnstoff, Tüpfelnachweis 374; Bestimmung in Orangenschalen 446

Thioharnstoffderivate, Tüpfelnachweise 374
4-Thioheptan-Analyse 295
Thionylgruppe, Bestimmung in organischen Verbindungen 439
Thiosalze, Verwendung in der Analyse 204
Thiosemicarbazid, Tüpfelnachweis 374; Bestimmung 257; Bestimmung mit Jodmonochlorid 357
Thiosemicarbazidderivate, Tüpfelnachweis 374
Thiosulfat, Nachweis 375
Thorium, Überblick über die Analyse kleiner Mengen Thorium 432; spektralphotometrische Bestimmung mit Quercetin 433; Bestimmung mit Chinaldinsäure 262; Trennung von den Seltenen Erden 265; des Protactiniums von Thorium 128; papierchromatographische Trennung von Uran 43; Untersuchung der Selenite des Thoriums 61; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Thoriumnitratlösung, zur Bestimmung von Fluor 129
Thoriumoxydkristalle, röntgenspektrometrische Untersuchung 41
Threonin, Bestimmung des Aminostickstoffes 234
L-Threonsäure, papierchromatographisches Verhalten 193
Thulium, Trennung von Terbium 43
Thunfisch, Bestimmung von Histamin in Konserven 452
Thymolphthalein, Calceinmischindicator zur Bestimmung von Calcium 225
Tibion, optische Eigenschaften 215
Tibion-p-nitrophenylhydrazon, optische Eigenschaften 215
Tierarzneimittel, Bestimmung von Clortetracyclin 149
Tinkturen, Bestimmung von Äthanol 210
Tiron, Reagens auf Eisen und Titan 282
Tironverfahren zur Eisenbestimmung, Störung durch Zink und Cadmium 68
Titan, photometrische Bestimmung 282; papierchromatographische Abtrennung 424; Einfluß auf die spektralphotometrische Thoriumbestimmung 433; auf die Palladiumbestimmung 99, 104; Bestimmung von Zinn 384; von Schwefel 385
Titan(III), Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48
Titangelb, zur Bestimmung von Magnesium in Serum und Urin 225
Titangelbmethode zur Bestimmung von Magnesium 77
Titanlegierungen, Bestimmung von Bor 383; von Zinn 384; von Schwefel 385
Titanoxyd, Bestimmung in den Aluminiumverbindungen 158
Titrationen, automatische, spektralphotometrische Titrationen 41
Titrationen in wasserfreiem Medium, Propionsäure als Lösungmittel 374
Tolazolin, Bestimmung 300
Tolazolinlösungen, Bestimmung 300
Tolazolintabletten, Bestimmung 300
p-Toluidin, Titration in wasserfreier Propionsäure als Lösungsmittel 374
Toluol, Bestimmung 133, 379; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Tomaten, Bestimmung der Ascorbinsäure in Tomaten 184
Tonerde, flammenphotometrische Bestimmung von Calcium neben Tonerde 274
Tracer Applications for the Study of Organic Reactions (Burr) 132 [L]
Transbutylen, Bestimmung in Butadien-(1,3) 76
Triäthylamin, Identifizierung 364
Triäthylenglykol, Dichten und Refraktionsindices von wäßrigen Lösungen 292
Triamylphosphat, Einfluß der Salzsäurekonzentration auf die Verteilung von Eisen zwischen Wasser und Lösungsmittel 23
Tri-n-benzylamin, Extraktionsmittel für Säuren 375
Tribromoanthrarufin zur Bestimmung von Bor im pflanzlichen Gewebe 392
Tributylphosphat, Einfluß der Eisenverteilung von der Salzsäurekonzentration zwischen Wasser und Lösungsmittel 23
Trichloräthylen, Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
Trichloressigsäure, Extraktion mit neuen Extraktionsmitteln 375
Trigalakturonsäure, Einfluß auf die Bestimmung von Oligouroniden 143
Trimethylbenzole, Bestimmung 133
Trimethylbutan, Bestimmung 133
Trimethylcyclohexan, Untersuchnug der Elutionsbanden 42
Trimethylcyclopentan, Bestimmung 133
2, 2,4-Trimethylpentan, Bestimmung 133
Tritium zur Markierung verschiedener Stoffe in Teerölen 203
Trockenmasse, Bestimmung in Milchprodukten 449

Trockenmilch, analytische Überwachung 449; Extraktion von Lactose und Maltose zur Bestimmung von Wasser nach KARL FISCHER 148
Tryptophan, Trennung der Racemate 462; Bestimmung des Aminostickstoffs 234
Tuberculostatica, optische Eigenschaften 215
Tyrosin, Bestimmung 395; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 44; polarographische Bestimmung 235; Bestimmung des Aminostickstoffs 234
L-Tyrosin, Bestimmung im Urin 235
O-DNP-Tyrosin, absolutcolorimetrische Bestimmung 414

Ultramikromethoden im klinisch-chemischen Laboratorium 223
Ultraviolettanalyse, Anwendung einfacher Photometer 288
Ultraviolett-Emissionsanalyse, Anwendungen 362
Untersuchung von Lebensmitteln (RAUSCHER) 70 [L]
Uran, Analyse 289; Trennung von Uran-(VI) und Uran(IV) 43; fluorimetrische Bestimmung 288; photometrische Bestimmung 282; papierchromatographische Abtrennung 424; polarographisches Verhalten 54; Abtrennung mit automatischer Lösungsmittelextraktionsapparatur 289; Trennung von anderen Metallen 289; papierchromatographische Trennung von Thorium 43; Trennung von großen Mengen Eisen und Aluminium 128; Bestimmung in natürlichen Wässern 381; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Uran(VI), Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Einfluß auf die spektralphotometrische Thoriumbestimmung 433; auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Uran-235, massenspektrometrische Bestimmung in verbrauchten Reaktorbrennelementen 201
Uranhaltige Lösungen, polarographische Bestimmung verschiedener Metalle 372
Uranoxyd, Untersuchung in Mischungen 41
Uranoxydkristalle, röntgenspektrometrische Untersuchung 41
Uranproben, Analyse mit Massenspektrometer und Oberflächen-Ionenquelle 201; Bestimmung von Neptunium-239 in bestrahlten Uranproben 66
Uranspaltprodukte, Identifizierung 372
Uranyl, Untersuchung der Selenite 61
Uranylacetat zur Fraktionierung von Serumeiweiß 239
Uranylsalzlösungen, Verhalten kupferronhaltiger Uranylsalzlösungen in der Polarographie 52
Urin, Bestimmung von Magnesium 225; von Calcium 226; von Blei 228; von Schwefel-35 399; von Tellur 230; von Fluor mit Thoriumnitratlösung 129; Spezifität des Glucoseoxydasetestes für Uringlucose 308; Bestimmung von Tyrosin 235; von Kalypnon 306; von von Äthylcrotylbarbitursäure 306; siehe auch Harn
Uringlucose, Spezifität des Glucóseoxydasetestes 308
Uronide siehe Oligouronide

Valeriansäure, R_f-Wert 137
Valin, Bestimmung 366, 395
Vanadat, Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Vanadium, colorimetrische Bestimmung 434; papierchromatographische Abtrennung 424; Bestimmung in Gesteinen 390; direkte Bestimmung der Oxydationsstufe und des Vanadingehaltes von Metall-Vanadin-Sauerstoffverbindungen 174; Bestimmung in Pflanzenmaterial 78; Einfluß auf die spektralphotometrische Thoriumbestimmung 433; auf die Osmiumbestimmung 438
Vanadium(V), Bestimmung mit Hilfe von Ascorbinsäure 56; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48
Vanadium-Metall-Sauerstoffverbindungen, Bestimmung des Vanadiumgehaltes 174
Vanadiumoxyd, Bestimmung in den Aluminiumverbindungen 158
Vanadium(V)-salze, Reaktion mit Diphenylcarbazid und Diphenylcarbazon 123
Vanillin, Bestimmung 148
Variaminblau zur Bestimmung von Ascorbinsäure 180
Vasculat, Bestimmung 212
Vaseline, IR-Spektrum 362
Verdampfungsprodukte von Oxydkathoden, Bestimmung von Barium und Strontium 345
Verdampfungsvorgänge in Flammen, Deutung 266
Verdrängungschromatographie, Untersuchung des Adsorptionsmechanismus 42

Vergiftungen, Nachweis von Thallium in Harn und Serum 227
Veritol, Bestimmung 212
Verteilungsgaschromatographie, Überblick über die Methoden 42
Verunreinigungen, Bestimmung durch Aufnahme der Schmelz- und Erstarrungskurven 203
„Vikasol"-Produktion, analytisches Schnellverfahren zur Kontrolle 150
Vinylacetat, Bestimmung von Methanol und Methylacetat 298
Vinyon N, Bestimmung von Stickstoff 261
Viskosität bei der Überwachung von Kondensmilch und Trockenmilch 449
Vitamin A, Bestimmung in Margarine 72, 435; in Futtermitteln 72; in Mischfuttermitteln 395; im Blutserum 319
Vitamin B_2, polarographische Bestimmung in pharmazeutischen Spezialitäten 73
Vitamin B_{12}, Bestimmungsmethoden 453; Bestimmung in Blut 319; spektrographische Bestimmung von Kobalt 361
Vitamin C, papierchromatographisches Verhalten einiger Abbauprodukte 193
Vitamin C-Injektionen, Bestimmung der Ascorbinsäure 184
Vitamin C-Tabletten, Bestimmung der Ascorbinsäure 184
Vitamin D, Bestimmung 149
Vitamin K, Schnellverfahren zur Kontrolle der Vitamin K-Produktion 150
Vitamine, Chemie und Technik (Vogel) 146 [L]
Vitaminpräparate, Bestimmung von Panthenol und Pantothenaten 150
Voltammetrie, Untersuchungen 51
Volumetric Analysis (Kolthoff-Belcher-Stenger-Matsuyama) 197 [L]
Vonedrin, Bestimmung 218
Vuzin, Identifizierung 220

Wärmeleitfähigkeitsmeßzelle für die Gaschromatographie 42
Waschmittel, Analyse 80
Wasser, Bestimmung der Feuchtigkeit und des Kristallwassers in Gipsproben und Superphosphaten 455; Bestimmung in Lactose und Maltose nach Karl Fischer 148; Vergleich der Bestimmungsmethoden von Kalium und Natrium 456; Bestimmung von Radium 380; von Kohlendioxyd 380; des Sauerstoffverbrauches 380; von Uran 381; von Fluorid 381; Einfluß von Chlorid auf die Bestimmung organischer Substanzen bzw. von Sauerstoff 153; Bestimmung von Methan 152; phenolischer Verbindungen 153; siehe auch Abwasser
Wasserlöslicher Stickstoff, Bestimmung in Silage 80
Wasserstoffperoxyd, indirekte Bestimmung 326; Titration mit Chrom(II)-salzen 31
Wasserstoffperoxyd-Schwefelsäure, zum Nachweis organischer Substanzen 438
Wechselstrombogen, Verwendung des intermittierenden Wechselstrombogens in der Spektralanalyse von Aluminiumlegierungen 361
Wein-Emetinsäure, Bestimmung mit Jodmonochlorid 357
Wismut, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; Bestimmung 373; oscillopolarographische Bestimmung 371; alkalimetrische Bestimmung 55; heterometrische Bestimmung mit Natriumdiäthyldithiocarbaminat 56; Bestimmung mit Chrom(II)-salzen 33; mit Indicator Fast Grey RA 56; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Bestimmung in Erzen und anderen Stoffen 55; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Wofacain A, analytisches Verhalten 213
Wolfram, Bestimmung 60; tensammetrische Bestimmung 61; gravimetrische Bestimmung in Wolframatlösungen 127; IR-Spektrum der Heteropolysäuren 435
Wolframat, Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Wolframatlösung, Bestimmung von Wolfram 127
Wolframatoarsensäure, IR-Absorptionsspektrum des Ammoniumsalzes 435
Wolframatoborsäure, IR-Absorptionsspektrum der Säure und des Ammoniumsalzes 435
Wolframatokieselsäure, IR-Absorptionsspektrum der Säure und des Ammoniumsalzes 435
Wolframatophosphorsäure, IR-Absorptionsspektrum der Säure und des Ammoniumsalzes 435
Wolframerze, Bestimmung von Molybdän 160
Wolfram-Rheniumlegierungen, Bestimmung von Rhenium 66
Wurstwaren, Nachweis von Phosphatzusätzen 451

Xanthat, polarographische Bestimmung des Gehaltes bei der Flotation von Sulfiden 293
Xylol, Bestimmung 379; Einfluß auf die flammenphotometrische Bestimmung des Kupfers 333
m-Xylol, Untersuchung der Elutionsbanden 42
Xylole, Bestimmung 133
Xylose, Nachweis auf Papierchromatogrammen 44; Abtrennung 143; papierchromatographische Abtrennung 144

Yttrium, Verhalten an einem Anionenaustauscher 120
^{91}Yttrium, Identifizierung 372

Zersetzungsvorgänge in Flammen, Deutung 266
Zimtaldehyd, Farbreaktion 442; Bestimmung 443
Zincon, Reagens auf Kupfer und Zink 282
Zink, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; Identifizierung 372; Bestimmung 373, 382; spektrographische Bestimmung 361; photometrische Bestimmung 282; oscillopolarographische Bestimmung 371; papierchromatographische Abtrennung 424; Abtrennung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; Abtrennung des Urans 289; Bestimmung von Spuren in Lebensmitteln 71; Bestimmung in Phosphatierungsbädern 290; in Apfelholz und Apfelblättern 393; Störung bei der Quecksilber- und Kupferbestimmung 431; Einfluß auf die Eisenbestimmung 68; auf die Palladiumbestimmung 99, 104; auf die Osmiumbestimmung 438
Zink-Kupferlegierungen, Untersuchung von Preßlingen 40
Zinklegierungen, Bestimmung von Magnesium 119
Zinkoxyd, Bestimmung von Kupfer 155; in Aluminiumverbindungen 158
Zinkstearat, Analyse 211
Zinksulfat, Infrarotspektrum 125
Zinn, Elutionskonstante 287; Abscheidungspotential 50; photometrische Bestimmung 9; oscillopolarographische Bestimmung 371; papierchromatographische Abtrennung 424; Abstimmung durch Hochspannungspapierelektrophorese 48; papierchromatographische Trennung von Antimon 43; Bestimmung in Zinnoxyd 9; in Titan und Titanlegierungen 384; Einfluß auf den Nachweis von Selen 60; auf die Palladiumbestimmung 99, 104
Zinn(IV), fluorimetrische Bestimmung 122
Zinnoxyd, Bestimmung des nicht als 4-Oxyd vorliegenden Zinnanteils 9
Zirkonium, Extraktion aus 12 n Salzsäure 375; Bestimmung mit Chinaldinsäure 262; papierchromatographische Abtrennung 424; Trennung von den Seltenen Erden 265; Einfluß auf die Palladiumbestimmung 99, 104
^{95}Zirkonium, Identifizierung 372
Zirkonium-Eriochromcyanin R-Methode zur Bestimmung von Fluorid in Wasser 381
Zirkoniummetall, Bestimmung von Barium 155
Zirkoniumsalze, Bestimmung von Barium 155
Zonenelektrophorese mit Hilfe von Schaumgummistückchen 45; an Säulen mit Hilfe von porösen Pulvern 46
Zucker, Verhalten an Anionenaustauschern 143; Bestimmung auf Papierchromatogrammen 44; R_f-Werte 142
Zucker und Zuckerwaren (Fincke) 70 [L]
Zuckerkohle, Verhalten gegen Laugen 293
Zuckermonophosphate, Bestimmung des anorganischen Phosphors 399
Zuckersäuren, Verhalten von Anionenaustauschern 143
Zwiebeln, Bestimmung der Ascorbinsäure 184

3 8198 313 599 811
THE UNIVERSITY OF ILLINOIS AT CHICAGO